UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE – UNESC PRÓ-REITORIA ACADÊMICA – PROACAD PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS – PPGCEM MESTRADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

JOÃO PAULO MENDES

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE GEOPOLÍMEROS A PARTIR DA VALORIZAÇÃO DE RESÍDUOS DE CERÂMICA VERMELHA E FIBRA DE VIDRO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, PPGCEM, da Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC, como requisito parcial para a obtenção do Grau de Mestre na área de Tecnologia de Materiais no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador:	Prof.	Dr.	Elídio
Angioletto			
Coorientador:	Prof.	Dr.	Adriano
Michael Berna	rdin		

CRICIÚMA 2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

M538dMendes, João Paulo.

Desenvolvimento e caracterização degeopolímeros a partir da valorização deresíduos de cerâmica vermelha e fibra de vidro/João PauloMendes.- 2019. 124p. : il.;21 cm.

Dissertação (Mestrado) - Universidade do Extremo SulCatarinense, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Criciúma, 2019.

Orientação: ElídioAngioletto. Coorientação:AdrianoMichael Bernardin.

1.Geopolímeros. 2. Resíduos de cerâmica vermelha. 3. Resíduos de fibra de vidro. 4. Resíduos industriais - Reutilização.5. Aluminossilicatos.I. Título.

CDD. 22. ed.620.192

Bibliotecária Eliziane de Lucca Alosilla - CRB 14/1101 Biblioteca Central Prof. Eurico Back - UNESC

JOÃO PAULO MENDES

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE GEOPOLÍMEROS A PARTIR DA VALORIZAÇÃO DE RESÍDUOS DE CERÂMICA VERMELHA E FIBRA DE VIDRO

Esta dissertação foi julgada e aprovada para obtenção do Grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM da Universidade do Extremo Sul Catarinense.

Criciúma, 28 de junho de 2019.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Michael Peterson Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC

Prof. Dr. Fabiano Raupe Pereira

Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC

Prof^a Dr^a Glaucea Warmeling Duarte Centro Universitário Barriga Verde - UNIBAVE

A minha esposa, mãe e irmã.

AGRADECIMENTOS

Não se alcança uma grande conquista individualmente. Muitas pessoas estiveram envolvidas direta ou indiretamente nessa minha conquista. A elas, meus sinceros agradecimentos.

Inicio agradecendo minha esposa, Karina de Campos, pelo apoio dado durante a realização deste trabalho. Pela compreensão nas ausências, pela motivação nos momentos difíceis, pela dedicação enquanto esposa, ajudando-me com seu amor.

A minha mãe, Adelinda Cittadin Mendes, que nunca mediu esforços para me ajudar da maneira que pode, mostrando que a educação e a humildade ainda é o melhor remédio para um mundo melhor.

A minha querida irmã, Elga Aparecida Mendes, simplesmente por existir em minha vida e mostrar que tudo vale a pena.

Ao professor orientador Elídio Angioletto, por ter me orientado na realização deste trabalho, esclarecendo dúvidas e não me desamparando em nenhum momento.

Ao professor co-orientador Adriano Michael Bernardin, por toda ajuda prestada ao longo deste trabalho, presente em todo o dia-adia, não medindo esforços para contribuir com meu trabalho.

A todas as pessoas do laboratório do Grupo de Materiais Cerâmicos da Universidade do Extremo Sul Catarinense, em especial a Leidy Johana Jaramillo Nieves e Silviany Goulart, por estarem sempre dispostas a ajudarem no que fosse necessário.

Aos professores do Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e aos colegas e técnicos do Parque Científico e Tecnológico, pela ajuda e esclarecimentos sempre que necessário.

Mas minha maior gratidão, ao final de mais uma conquista em minha vida, pertence a Deus, que sempre me mostra, dia após dia, que com fé, persistência e amor, sempre alcançamos nossos desejos e sonhos.

"No final da tudo certo. Se não deu, é porque não chegou no final".

(OSPRESENSA)

RESUMO

Com o crescimento da população nos últimos anos e com o crescente desenvolvimento tecnológico, nota-se o aumento na fabricação de produtos para suprimento das necessidades humanas. Com este aumento na produção, nota-se também, um aumento na geração de resíduos, o que impacta diretamente nos aspectos ambientais e econômicos. A partir deste contexto, esta pesquisa teve como objetivo a obtenção de geopolímeros a partir da valorização de resíduos de cerâmica vermelha e fibra de vidro. As variáveis de estudo foram a quantidade em massa de resíduo de cerâmica vermelha, solução de hidróxido de sódio e silicato de sódio. O resíduo de cerâmica vermelha foi submetido ao processo de moagem e foi caracterizado por análise química por fluorescência de raios X, distribuição do tamanho de partícula por difração a laser, difração de raios X e espectrometria ao infravermelho por transformada de Fourier. As fibras de vidro foram picotadas, com o auxílio de uma ferramenta manual de corte. Após a caracterização, foi realizada a síntese do geopolímero, que consistiu na mistura física entre os componentes. Na sequência, os geopolímeros foram acondicionados e sintetizados em estufa a temperatura de 45 °C durante 72 horas, e em seguida curados em temperatura ambiente por 28 e 133 dias. Posteriormente à cura, foi realizada a caracterização das composições obtidas. A análise mineralógica mostrou a formação de um material amorfo com presenca de fase cristalina, a análise micro estrutural por imagem evidenciou uma boa formação geopolimérica, com pouca porosidade. Já a análise de resistência mecânica à compressão das formulações geopoliméricas para o tempo de cura de 133 dias mostrou valores superiores de resistência quando comparados com os resultados das formulações com 28 dias de cura. Os resultados de densidade aparente e real das composições geopoliméricas mostraram uma boa compactação da estrutura, evidenciando a porosidade dos materiais geopoliméricos obtidos. Com relação à adição de fibra de vidro tipo E, deve-se aprofundar os estudos para melhor entendimento dos efeitos que ocorrem na interação entre a fibra de vidro tipo E e a matriz geopolimérica. Após a análise dos resultados, constatou-se que é possível utilizar e valorizar resíduos de cerâmica vermelha para a obtenção de geopolímeros.

Palavras-chave: Valorização. Resíduos. Geopolímeros. Ativação alcalina. Aluminossilicato.

ABSTRACT

With the growth of the population in recent years and with increasing technological development, there is a growing increase in the production of products to meet human needs. With this increase in production, there is also an increase in waste generation, which directly impacts on environmental and economic aspects. From this context, this research aimed to obtain geopolymers from the valorization of residues of clay ceramics and fiberglass. The study variables were the mass quantity of clay ceramic residue, sodium hydroxide solution and sodium silicate. The clav ceramic residue was subjected to the milling process and was characterized by X-ray fluorescence for chemical analysis, particle size distribution by laser diffraction, X-ray diffraction spectrometry and infrared spectrometry by Fourier transform. The glass fibers were cut with the help of a manual cutting tool. After the characterization, the geopolymer was synthesized, which consisted in the physical mixing among the components. Subsequently, the geopolymers were wrapped and oven-synthesized at 45 °C for 72 hours, and then cured at room temperature for 28 and 133 days. After the curing, the characterization of the compositions obtained was performed. The mineralogical analysis showed the formation of amorphous material with crystalline phase, the microstructural analysis by image evidenced a good geopolymer formation, with little porosity. The analysis of mechanical strength by axial compression of the geopolymer formulations for the curing time of 133 days showed higher values of resistance when compared with the formulations with 28 days of curing. The results of apparent and actual density of the geopolymer compositions showed good compaction of the structure, evidencing the porosity of the obtained geopolymer materials. Regarding the addition of E glass fiber, the studies must be deepen to better understand the effects in the interaction between the glass fiber and the geopolymer matrix. After the analysis of the results, it was verified that it is possible to use and valorize residues of clay ceramics to obtain geopolymers.

Keywords: Valorization. Waste. Geopolymers. Alkaline activation. Aluminosilicate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura bidimensional proposta para geopolímero	. 39
Figura 2 - Fluxograma da síntese dos geopolímeros	.43
Figura 3 - Localização das principais cerâmicas da região sul de SC	45
Figura 4 - Fluxograma do processo de fabricação de cerâmica verme	lha
	46
Figura 5 - Classificação dos materiais compósitos	.49
Figura 6 - Representações esquemáticas de compósitos reforcados c	om
fibras (a) contínuas e alinhadas. (b) descontínuas e alinhadas e	(c)
descontínuas e orientadas aleatoriamente	.52
Figura 7 - Fluxograma do procedimento experimental	53
Figura 8 - RCV (a) e fibra de vidro (b)	55
Figura 9 - Diagrama triaxial das formulações utilizada	.58
Figura 10 - Etapas do processo de geopolimerização	.59
Figura 11 - Distribuição de tamanho de partículas de RCV	.67
Figura 12 - Difratograma do RCV	68
Figura 13 - Espectro de FTIR do RCV	. 69
Figura 14 - Resistência mecânica à compressão dos geopolímeros con	n
28 e 133 dias de cura	.70
Figura 15 - Gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros	
com 28 dias de cura	.73
Figura 16 - Gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com	28
dias de cura	.74
Figura 17 - Diagrama de Pareto da resistência mecânica à compressão)
dos geopolímeros com 28 dias de cura	.75
Figura 18 - Gráfico de superfície de resposta para a resistência mecân	ica
à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura	.76
Figura 19 - Gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros	
com 133 dias de cura	.78
Figura 20 - Gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com	
133 dias de cura	.78
Figura 21 - Diagrama de Pareto da resistência mecânica à compressão)
dos geopolímeros com 133 dias de cura	.79
Figura 22 - Gráfico de superfície de resposta para a resistência mecân	ica
à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura	. 80
Figura 23 - Difratograma do RCV e das formulações de geopolímeros	3
com 28 dias de cura	. 81
Figura 24 - Difratograma do RCV e das formulações de geopolímeros	3
com 133 dias de cura	. 82

Figura 25 - Densidade aparente das formulações de geopolímeros com
133 dias de cura
Figura 26 - Gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros
com 133 dias de cura
Figura 27 - Gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com
133 dias de cura
Figura 28 - Diagrama de Pareto da densidade aparente dos geopolímeros
com 133 dias de cura
Figura 29 - Gráfico de superfície de resposta para a densidade aparente
dos geopolímeros com 133 dias de cura
Figura 30 - Densidade aparente das formulações dos geopolímeros com
28 e 133 dias de cura
Figura 31 - Densidade real das formulações dos geopolímeros com 28 e
133 dias de cura
Figura 32 - Análise térmica das formulações dos geopolímeros com 28
dias de cura
Figura 33 - Análise térmica das formulações dos geopolímeros com 133
dias de cura94
Figura 34 - Análise de DSC das formulações dos geopolímeros com 28
dias de cura95
Figura 35 - Análise de DSC das formulações dos geopolímeros com
133 dias de cura
Figura 36 MEV do geopolímero da formulação F3: (a) ampliação de
500X a 28 dias de cura; (b)ampliação de 500X a 133 dias de cura;
(c)ampliação de 1000X a 28 dias de cura; (d)ampliação de 1000X a 133
dias de cura; (e)ampliação de 5000X a 28 dias de cura; (f)ampliação de
5000X a 133 dias de cura97
Figura 37 - MEV do geopolímero da formulação F4: (a) ampliação de
500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c)
ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133
dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação
de 5000 X a 133 dias de cura98
Figura 38 - MEV do geopolímero da formulação F5: (a) ampliação de
500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c)
ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133
dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação
de 5000 X a 133 dias de cura99

Figura 39 - MEV do geopolímero da formulação F6: (a) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133 dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação Figura 40 - MEV do geopolímero da formulação F7: (a) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133 dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação Figura 41 - Geopolímero com adição de fibra de vidro tipo E com tempo de cura de 28 dias (a) e 133 dias (b)......104 Figura 42 - Microscopia óptica do geopolímero com adição de fibra de Figura 43 - MEV do geopolímero com adição de fibra de vidro tipo E com tempo de cura de 28 e 133 dias: (a) ampliação de 100 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 100 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 500 X a 133 dias; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação de 5000 X a 133

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Levantamento cronológico de dissertações e teses no Brasil
referentes a geopolímeros
Tabela 2 - Classificação dos geopolímeros 41
Tabela 3 - Aplicações das diferentes classificações de geopolímeros 42
Tabela 4 - Dados da Indústria Cerâmica no Brasil
Tabela 5 - Produção de cerâmica vermelha na região de Morro da
Fumaça
Tabela 6 - Estimativa de resíduos gerados por mês na região de Morro
da Fumaça
Tabela 7 - Formulações utilizadas de acordo com um planejamento de
misturas (percentuais em massa)
Tabela 8 - Quantidades de massa de matéria-prima 57
Tabela 9 - Formulações do material compósito58
Tabela 10 - Análise química do RCV65
Tabela 11 - Distribuição do tamanho de partícula do RCV66
Tabela 12 - Análise da variância da resistência mecânica à compressão
com 28 dias de cura72
Tabela 13 - Classificação do coeficiente de determinação ajustado72
Tabela 14 - Análise da variância da resistência mecânica à compressão
com 133 dias de cura77
Tabela 15 - Densidade aparente para os geopolímeros com 133 dias de
cura
Tabela 16 - Análise da variância da densidade aparente para
geopolímeros com 133 dias de cura84
Tabela 17 - Densidade aparente para os geopolímeros com 28 dias de
cura
Tabela 18 - Densidade real para os geopolímeros com 28 dias de cura 90
Tabela 19 - Densidade real para os geopolímeros com 133 dias de cura
Tabela 20 - Porosidade dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura 91
Tabela 21 - Resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com
adição de fibra de vidro com 28 dias de cura 102
Tabela 22 - Resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com
adição de fibra de vidro com 133 dias de cura 103

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA - Análise de variância CP's - Corpos de prova DRX - Espectrometria de difração de raios X DSC/TG - Calorimetria diferencial de varredura com termogravimetria DTP - Distribuição de tamanho de partícula FRX - Análise química por fluorescência de raios X FTIR - Espectrometria ao infravermelho por transformada de Fourier GMC - Grupo de Materiais Cerâmicos i·parque - Parque Científico e Tecnológico MEV - Microscopia eletrônica de varredura NaOH - Hidróxido de sódio p = Teste de confiabilidade RCV - Resíduo de cerâmica vermelha R²_{aiustado} - Coeficiente de determinação ajustado ao modelo

UNESC - Universidade do Extremo Sul Catarinense

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	. 29
2 OBJETIVOS	. 33
2.1 OBJETIVO GERAL	. 33
2.1.2 Objetivos específicos	. 33
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	. 35
3.1 GEOPOLÍMEROS	. 35
3.1.1 Definição	. 35
3.1.2 Caracterização dos geopolímeros	. 39
3.1.3 Tipos de geopolímeros	. 41
3.1.4 Mecanismos de ativação	. 42
3.2 CERÂMICA VERMELHA	. 43
3.2.1 Definição	. 43
3.2.2 Resíduos de cerâmica vermelha	. 47
3.3 MATERIAIS COMPÓSITOS	. 48
3.3.1 Definição	. 48
3.3.2 Classificação	. 49
3.4 FIBRAS	. 50
3.4.1 Definição	. 50
3.4.2 Fibra de vidro	. 50
	51
3.4.3 Fibra de vidro tipo E	. 51
3.4.3 FIDFa de vidro tipo E 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 53	. 51
3.4.3 FIDFA de vidro tipo E 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 53 3.5 MATERIAIS	. 51
 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55
3.4.3 FIDRA de vidro tipo E 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 53 3.5 MATERIAIS 3.6 MÉTODOS 3.6.1 Preparação das matérias-primas	. 51 . 54 . 55 . 55
3.4.3 FIDRA de vidro tipo E	. 51 . 55 . 55 . 56
3.4.3 FIDra de vidro tipo E	. 51 . 55 . 55 . 56 . 59
3.4.3 FIDra de vidro upo E	. 51 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60
 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 60
 3.4.3 FIDTA de VIDTO UDO E	. 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 60
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 60 . 61 . 61
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61 . 61 . 62 . 62
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61 . 61 . 62 . 62 . 62
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61 . 62 . 62 . 62
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61 . 62 . 62 . 62 . 62
 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 51 . 54 . 55 . 55 . 56 . 59 . 60 . 61 . 61 . 62 . 62 . 62 . 62

3.7.9 Densidade Real	64
3.7.10 Porosidade	64
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	65
4.1 CARACTERIZAÇÃO DO RESÍDUO DE CERÂMICA	
VERMELHA	65
4.1.1 Análise Química	65
4.1.2 Tamanho de Partícula	66
4.1.3 Análise Mineralógica	67
4.1.4 Espectrometria ao Infravermelho por Transformada de	
Fourier	68
4.2 CARACTERIZAÇÃO DO GEOPOLÍMERO	70
4.2.1 Determinação da Resistência Mecânica	70
4.2.2 Análise Mineralógica	81
4.2.3 Densidade Aparente	82
4.2.4 Densidade Real	90
4.2.5 Porosidade	91
4.2.6Calorimetria Diferencial de Varredura e Termogravimetri	a 92
4.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura	96
4.2.8 Caracterização do geopolímero com adição de fibra de	vidro
	. 102
5 CONCLUSÃO	107
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	109
REFERÊNCIAS	111

1 INTRODUÇÃO

Com o desenvolvimento tecnológico e o crescimento exponencial da população, percebido desde a Revolução Industrial, nota-se a crescente geração de resíduos, na qual a correlação da preocupação ambiental com a geração de diferentes tipos de rejeitos torna-se cada vez mais relevante diante do cenário atual (RIPA *et al.*, 2017).

Problemas ambientais que atingem toda a cadeia produtiva, desde a extração da matéria-prima, a produção de efluentes e resíduos na obtenção do produto, bem como a não reciclagem e destinação correta após o uso do material, ocorrem mediante a necessidade do uso de recursos naturais para o suprimento das demandas industriais (BREIER, 2015).

Com a crescente preocupação do impacto das tecnologias utilizadas e seus efeitos no meio ambiente, a produção de materiais com melhores propriedades, sejam físicas, químicas ou mecânicas, tem sido um desafio para as indústrias, de forma a utilizar durante a produção um maior controle na emissão de gases poluentes, redução no consumo de energia durante a produção e uso de matérias-primas renováveis e abundantes (DAVIDOVITS; SAWYER, 1985; BARBOSA, 2000).

Considerado um material de alto desempenho, o geopolímero é um material que apresenta potencial ecológico e vem sendo estudado nas últimas décadas. Tem encontrado aplicações estruturais e refratárias nas mais diversas áreas, como na substituição de produtos cerâmicos, cimentos e concretos para a indústria de construção e produção de materiais compósitos avançados de alta tecnologia (DAVIDOVITS; SAWYER, 1985; DIAS; THAUMATURGO, 2001; DUXSON *et al.*, 2007).

Podendo serem utilizados como aglomerantes na produção de edificações, seja como elementos estruturais ou elementos não estruturais, os geopolímeros apresentam vantagens e desvantagens. Dentre as vantagens tem-se: melhorias nas propriedades mecânicas como resistência e durabilidade (PROVIS *et al.*, 2005; RODRIGUEZ *et al.*, 2009: PACHEGO-TORGAL; JALALI, 2009), comparado com a produção do cimento Portland, há uma diminuição da emissão de dióxido de carbono nas reações associadas durante a sua fabricação (NASVI *et al.*, 2013) e a possibilidade de reaproveitamento de materiais que são subprodutos da indústria (BUCHWALD; DOMBROWSKY; WEIL, 2005). Entretanto, as desvantagens mais significativas dos geopolímeros são a eflorescência (OSORIO, 2006), e em comparação com o cimento Portland, a trabalhabilidade durante o processo de

preparação das misturas e os custos de implementação (PACHECO-TORGAL *et al.*,2013).

Por ser baseado na produção com aluminossilicatos, que são abundantes na crosta terrestre, ou de materiais provenientes de resíduos industriais, o geopolímero apresenta baixo custo de produção, quando comparado com o custo de produção do cimento Portland. Como o processo de cura dos geopolímeros se dá a temperaturas inferiores a 100 °C, o processo de produção é energeticamente viável, comparado com os cimentos do tipo Portland, onde é necessário o aquecimento até 1600 °C das matérias-primas, consumindo muito mais energia durante o processo de produção. O processo de fabricação do geopolímero resulta numa redução de até 80 % da emissão de gases poluente, comparado com a produção do cimento Portland (SANTA, 2012; LIVI, 2013; GOLDONI, 2014; CESARI, 2015).

A indústria de cerâmica vermelha produz um volume considerável de resíduos em função da fragmentação das peças, da existência de não conformidades, da queima irregular, entre outros. Com a forte demanda da construção civil, aumenta a necessidade de se buscar novos conceitos e soluções visando a sustentabilidade e o comprometimento com a questão ambiental. Desta forma, a reciclagem e o aproveitamento dos resíduos tornam-se uma preocupação mundial e também nacional (BRASIL, 2014).

O resíduo de cerâmica vermelha (RCV) proveniente do processo de fabricação dos tijolos cerâmicos são exemplos de materiais que podem ser utilizados para a obtenção de novos produtos, em outros processos industriais, possibilitando a sua sustentabilidade. Uma possibilidade para a sua valorização é a utilização do RCV como material de partida para a obtenção de geopolímeros, já que apresenta características que propiciam a geopolimerização, pois são fonte de aluminossilicatos.

De acordo com o Geopolymer Institute (2014), duas grandes obras podem ser citadas por utilizarem geopolímeros em suas construções: em 2013, os 3 (três) andares da University of Queensland Global Change Institute, localizado na Austrália, foram construídos utilizando painéis de seção composta à base de concreto geopolimérico. E em 2014, também na Austrália, foi utilizado concreto geopolimérico na pista de aterrissagem do aeroporto West Brisbane Wellcamp, com extensão de 2,87 km, e também junto a ela, a construção do terminal aéreo com 8.000 m² de área. Ambas as aplicações foram realizadas com o mesmo tipo do concreto geopolimérico, à base de escória-cinza volante, materiais que são subprodutos da indústria. Com o intuito de gerar um material com melhores propriedades mecânicas, têm sido desenvolvidas técnicas de fabricação de materiais compósitos, de modo a substituir as ligas metálicas, cerâmicas e poliméricas. A sua fabricação implica na combinação de duas fases (matriz e reforço) para formar um material que de certa forma tenha um melhor desempenho que os seus constituintes numa situação particular (VENTURA, 2009).

Neste quesito, as fibras constituem uma classe importante de reforço uma vez que proporcionam o aumento da resistência da matriz, e consequentemente influenciam e destacam as propriedades pretendidas das duas fases (VENTURA, 2009).

Segundo Casagrande (2001), a adição de fibras em uma matriz nem sempre está condicionada a aumentar a resistência de materiais suscetíveis a deformações e a outros problemas derivados do surgimento de tensões. A adição das fibras melhora as propriedades do material atuando no controle de propagação das trincas, não impedindo que o material sofra fissuração (LOPES, 2017).

De acordo com Cazarredo (2002), os materiais na forma de fibra apresentam elevada resistência, porém sua aplicação direta na estrutura é impraticável por não resistirem isoladamente à compressão longitudinal e aos esforços transversais.

Desta forma, o presente trabalho propõe a valorização de RCV e fibra de vidro para a síntese de geopolímeros, em razão do problema ambiental ocasionado pelo descarte dos resíduos e devido ao fato de que o mesmo pode ser utilizado como fonte de aluminossilicatos para a síntese de geopolímeros.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Obter geopolímeros a partir da valorização de resíduos industriais provenientes de cerâmica vermelha e adição de fibra de vidro.

2.1.2 Objetivos específicos

• Estudar a viabilidade de utilização de resíduos de cerâmica vermelha como fonte de aluminossilicatos para a reação de geopolimerização;

• Desenvolver uma composição otimizada de geopolímero utilizando resíduos de cerâmica vermelha e ativadores alcalinos;

• Determinar o efeito da adição de fibra de vidro no comportamento mecânico da composição otimizada.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 GEOPOLÍMEROS

3.1.1 Definição

Atualmente, na indústria da construção civil, o impacto da produção de cimento ao meio ambiente é um dos maiores desafios enfrentados. A fabricação do cimento é uma das maiores fontes de gases poluentes que causam o efeito estufa, atrás apenas da queima de combustíveis fósseis e gasosos (BELTRÃO; ZENAIDE, 2010).

Diante da necessidade de redução de consumo de energia e de emissão de CO₂, estudos têm sido realizados no desenvolvimento de materiais geopoliméricos, considerados materiais de alto desempenho e não agressivos ao meio ambiente.

Há indícios que materiais como concretos e argamassas utilizados em construções como as pirâmides do Egito, datadas de 4.500 A.C., utilizem de princípios equivalentes aos atuais geopolímeros, mesmo estes sendo considerados materiais inovadores (DAVIDOVITS, 1991).

Em 1940 há relatos e informações sobre materiais obtidos através de ativação alcalina, onde Purdon foi considerado o pioneiro em realizar, com sucesso, combinações entre álcalis e escórias, descobrindo que o endurecimento da escória ativada alcalinamente e areia era mais rápido que do cimento Portland. Purdon ainda resume que a separação das redes de sílica, alumina e cal pela solução de hidróxido de sódio (NaOH), e a formação de silicato e aluminato de cálcio hidratados junto com o qual é regenerada a solução de NaOH, é o processo de formação para o material ativado alcalinamente (MALONE; RANDALL, 1985). Porém, foi na década de 1950 que o ucraniano Victor Glukhovsky e uma equipe de pesquisadores soviéticos investigaram aspectos referentes à natureza das reações e de seus produtos, com foco nas propriedades químicas e físicas (VAN JAARSVELD; VAN DEVENTER; LORENZEN, 1997).

Ainda na década de 1950, Glukhovsky propõe uma nova geração de ligantes, depois de realizar pesquisas com cimentos antigos, e que deu a denominação de "solocimento" e se equiparava às rochas zeolíticas (PACHECO; CASTRO; JALALI, 2007). Originalmente de formação natural, microporosas e com estrutura cristalina construída a partir de ligações dos tetraedros $[SiO4]^{4-}$ e $[AlO4]^{5-}$ unidos por átomos de oxigênio, estas rochas são aluminossilicatos hidratados altamente cristalinos (LUZ, 1995). Entretanto, podem ser obtidas mediante síntese

em certas condições de temperatura e umidade e pode-se aproveitar sua propriedade de troca catiônica, em função da relação entre sílica e alumina(GRANIZO, 1998).

Existem outras denominações estabelecidas por outros pesquisadores como Duxson *et al.* (2007) para este sequenciamento de ativação alcalina, mas o conjunto implica o mesmo desenvolvimento.

Em 1970, Besson, Caillère e Hénin obtiveram a partir de várias fontes de silicatos como a montmorilonita e a caulinita em meio fortemente alcalino e com registro de temperatura de cura entre 60 e 105°C, um tipo de zeólita (PINTO, 2004).

Geopolímeros fazem parte do grupo de materiais com características cimentícias, possuindo elevada capacidade tecnológica, além da possibilidade de inclusão de vários resíduos em sua composição. Estes novos materiais foram denominados na década de 1970 por Davidovits, que é considerado o pesquisador/criador dos geopolímeros (BOCA SANTA, 2012).

Produzidos por ativação alcalina de sólidos compostos por alumina e sílica, os geopolímeros podem ser considerados um novo cimento (DAVIDOVITS, 2008).

Os geopolímeros apresentam inúmeras características para diversas aplicações. Entre as principais propriedades pode-se citar: endurecimento rápido, resistência ao fogo, ótima resistência mecânica (KOMNITSAS; ZAHARAKI, 2007), durabilidade elevada (KOMNITSAS; ZAHARAKI, 2007; DUXSON *et al.*, 2007), baixa condutividade térmica, boa resistência aos ácidos e ausência ou reduzida reação álcali-agregado (DUXSON *et al.*, 2007).

Referente às suas aplicações, os geopolímeros podem ser aplicados em estruturas pré-fabricadas, pavimentos de concreto e cerâmicas refratárias (KOMNITSAS; ZAHARAKI, 2007). E devido às propriedades de troca iônica presentes nos geopolímeros, também podem ser utilizados para conter e/ou imobilizar metais pesados e radioativos (CORREIA, 2011).

Composto por uma fonte de SiO₂ e Al₂O₃ amorfos e uma solução alcalina ativadora em formulações pré-determinadas, em 1978 foi então denominado "geopolímero" conforme acima citado, "geo" para simbolizar a semelhança com materiais geológicos e "polímero" baseado na química dos aluminossilicatos, sendo que, através destes, surgiram os polissialatos, abreviatura de silício-oxo-aluminato (Si-O-Al) (BUCHWALD *et al.*, 2005).

A essa reação se dá o nome de geopolimerização, e apresenta semelhança com a síntese dos polímeros orgânicos através da
condensação e utilização de materiais cimentícios suplementares. A reação química é rápida e a cura inicial requer um período entre 24 a 48 horas (MACCARINI, 2015).

Constituída por duas fases, a geopolimerização ocorre à temperatura ambiente ou ligeiramente elevada, onde a lixiviação da matéria-prima de aluminossilicato sólido em solução alcalina leva à transferência de espécies de lixiviados a partir de superfícies sólidas numa fase gel de crescimento, e a formação de um sólido aglutinante se dá seguindo-se a nucleação e a condensação da fase de gel (VASSALO, 2013).

Os geopolímeros são conhecidos atualmente, por uma série de nomes, entre eles: cerâmicas alcalinas, hidrocerâmicas, cimentos ativados alcalinamente, polímeros inorgânicos entre outros (BOCA SANTA, 2012).

Além de serem materiais que apresentam propriedades cimentícias e podem ser processados em temperatura ambiente, as matérias-primas para produção dos geopolímeros podem ser obtidas através de materiais naturais, como também, através de resíduos industriais ricos em aluminossilicatos amorfos ou semicristalinos que tenham passado por tratamento térmico (MACCARINI, 2015).

No Brasil é notável o crescimento em pesquisas relacionados ao termo geopolímero, como mostrado na Tabela 1, inicialmente com o intuito da aplicação do conceito e análise das condições de fabricação.

Autor	Título	Descrição
Barbosa	Síntese e caracterização de polissialato	Tese de
(Ano 1999)		Doutorado
		(IME)
Silva	Reforço e fratura em compósitos de matriz	Tese de
(Ano 2000)	álcali-ativada	Doutorado
		(IME)
Thomaz	Concreto geopolimérico	Dissertação
(Ano 2000)		de Mestrado
		(IME)
Dias	Cimentos geopoliméricos: Estudo de	Tese de
(Ano 2001)	agentes químicos agressivos, aderência e	Doutorado
	tenacidade à fratura	(IME)
Cuibano	Comportamento térmico de cimento	Dissertação de
(Ano 2002)	geopolimérico	Mestrado
		(IME)

Tabela 1 - Levantamento cronológico de dissertações e teses no Brasil referentes a geopolímeros

Autor	Título	Descrição
Marinho	Desenvolvimento de pastas geopoliméricas	Tese de
(2004)	para cimentação de poços de petróleo	Doutorado (UFRN)
Souza	Geopolímeros à base de resíduos	Tese de
(Ano 2005)	industriais	Doutorado (IME)
Vargas	Cinza volante álcali-ativadas para obtenção	Tese de
(Ano 2006)	de aglomerantes especiais	Doutorado (UFRGS)
Pinto	Aditivação de pastas geopoliméricas com	Tese de
(Ano 2009)	tetraborato de sódio e poliuretana não iônica para cimentação de poços de petróleo	Doutorado (UM)
Correia	Compósitos de matriz geopolimérica	Tese de
(Ano 2011)	reforçados com fibras vegetais de abacaxi e de sisal	Doutorado (UFPB)
Melo	Síntese e caracterização de geopolímeros	Dissertação de
(Ano 2011)	contendo filitos	Mestrado (IME)
Santa	Desenvolvimento de geopolímeros a partir	Dissertação de
(Ano 2012)	de cinzas pesadas oriundas da queima de carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel	Mestrado (UFSC)
Livi	Desenvolvimento de pasta de	Dissertação de
(Ano 2013)	geopolímeros à base de cinza volante e hidróxido de sódio	Mestrado (UFSC)
Goldoni	Resistência à flexão e compressão em	Dissertação de
(Ano 2014)	geopolímero com incorporação de	Mestrado
Cosori	Influência do uso de aditivos disportantes	Dissortação do
(Ano 2015)	em pastas de geopolímero produzido com	Mestrado
(Allo 2013)	cinza volante e hidróxido de sódio	(UFSC)
Longhi	Álcali-ativação de lodo de caulim	Dissertação de
(Ano 2015)	calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo	Mestrado (UFRGS)
Barraza	Desempenho mecânico de um compósito	Dissertação de
(Ano 2016)	de matriz geopolimérica à base de	Mestrado
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	metacaulim e nanobastões de carbeto de silício	(UFSC)

Autor	Título	Descrição
Ramos	Cimento geopolimérico contendo resíduo	Dissertação de
(Ano 2017)	do	Mestrado
	Polimento de placas cerâmicas	(UFSC)
Spricigo	Valorização de resíduos de vidro plano e	Dissertação de
(Ano 2017)	de anodização de alumínio para síntese de	Mestrado
	geopolímero	(UNESC)

Fonte: Adaptado de Barraza, 2016

3.1.2 Caracterização dos geopolímeros

Os geopolímeros são materiais que apresentam em sua composição química SiO_2 (sílica) e Al_2O_3 (alumina), combinados com uma solução alcalina (hidróxido, sais de ácidos fracos, sais de ácidos fortes com íon alcalino do tipo sódio (Na), potássio (K), lítio (Li) ou cálcio (Ca)) (PUERTAS, 1995).

Sob condições de trabalho mais agressivas de alcalinidade e temperatura (superiores à temperatura ambiente), os geopolímeros propiciam a formação de um gel aluminossilicato de sódio hidratado (N-A-S-H) (SPRICIGO, 2017).

Na Figura 1 tem-se com mais clareza uma representação visual da estrutura geopolimérica, em formato bidimensional, podendo ser observadas as configurações do elemento.

Figura 1 - Estrutura bidimensional proposta para geopolímero



Fonte: Barbosa, Mackenzie e Thaumaturgo, 2000

Com configuração tetraédrica, a rede formada apresenta carga negativa para o alumínio e estabelecimento de quatro ligações de oxigênio. Através do metal alcalino presente na solução de ativação, ocorre o equilíbrio do sistema (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009). Conforme Figura 1, a estrutura dos monômeros é composta por três átomos de alumínio (Al), três átomos de silício (Si), dez átomos de oxigênio (O) e duas hidroxilas (OH).

Esta estrutura adquire o nome de polissialato, como abreviação de silício-oxo-aluminato e com formulação empírica química segundo a Equação 1 (DAVIDOVITS, 1991):

$$M \cdot n[-(SiO_2)z - AlO_2]n \times w \cdot H_2O$$
 (Equação 1)

Onde:

M= é o cátion do metal alcalino (Na⁺, K⁺, ou Li⁺); n=é o grau de policondensação; z= é 1, 2 ou 3; w= é o grau de hidratação.

Através do compartilhamento de oxigênio, são formadas as cadeias nos geopolímeros, enquanto que nos polímeros orgânicos suas cadeias são formadas pelas ligações entre os átomos de carbono. A cinética de reação e as propriedades mecânicas podem alterar de acordo com as temperaturas de sintetização, que podem variar entre 25 e 100°C. O silicato solúvel não gera o endurecimento do material, necessitando-se da utilização de uma fonte de alumínio para que ocorra o endurecimento (WENG *et al.*, 2005).

Em função do geopolímero ser formado por monômeros, os mesmos lhe tornam um material alternativo, que conferem algumas características, tais como:

1. Durante sua fabricação, apresentam menor liberação de CO₂: 5% dos gases do efeito estufa são gerados pela indústria cimentícia durante a produção do cimento (BARCELO; KLINE, 2012 *apud* CABALLERO *et al.*, 2013; ALLEN; IANO, 2013). Para se produzir uma tonelada de cimento libera-se uma tonelada de CO₂ durante o processo de calcinação das matérias-primas e queima de combustível (DAVIDOVITS, 1991; PACHECO-TORGAL *et al.*, 2009). No caso da produção dos geopolímeros é possível emitir cerca de 80 % a menos de CO₂durante sua fabricação (DAVIDOVITS, 1991);

2. Imobilização de resíduos tóxicos: devido sua baixa permeabilidade e comportamento parecido com as zeólitas, os

geopolímeros conseguem envolver em sua matriz materiais considerados perigosos, imobilizando o resíduo tóxico (DAVIDOVITS, 1991). A relação água/aglomerante e o tamanho dos agregados ou adições tem influência direta na referida propriedade (SANCHEZ, 2001);

3. Resistência mecânica: enquanto o cimento Portland apresenta um ambiente levemente alcalino ao final da formação da fase ligante de silicato de cálcio hidratado (C-S-H), nos geopolímeros o ambiente alcalino já é criado pela solução ativadora, provocando o aceleramento para a formação do gel N-A-S-H. Com o aumento da temperatura, a cura e o ganho de resistência poderá ser acelerado, alcançando-se facilmente resistências superiores a 40 MPa ao fim de 1 dia em 85 °C (HARDJITO; RANGAN, 2005; CORREIA, 2011);

4. Resistência ao fogo: os geopolímeros conservarão sua integridade sob exposição a temperaturas entre 1000 e 1200 °C, se apresentarem alta resistência mecânica, baixo conteúdo de água na estrutura química e uma baixa porosidade (OSORIO, 2006; FERNANDEZ-JIMENEZ *et al.*, 2008).

3.1.3 Tipos de geopolímeros

Baseando-se na relação atômica entre silício (Si) e o alumínio (Al), conforme Equação 01, o pesquisador J. Davidovits determinou três classificações conforme a proporção entre Si e Al, conforme mostra a Tabela 2. Lembrando que M é o cátion monovalente e n é o grau de policondensação.

rabela 2 - Classificação dos geopolíficios			
Nome	Si:Al	Unidade Repetidora	Abreviação
Polissialato	1:1	M_n -(Si-O-Al) _n	(M) PS
Polissialato- siloxo	2:1	M_n -(Si-O-Al-O-Si-O) _n	(M) PSS
Polissialato- dissiloxo	3:1	M _n -(Si-O-Al-O-Si-O-Si-O) _n	(M) PSDS

Tabela 2 - Classificação dos geopolímeros

Fonte: Davidovits, 1994

De acordo com estas diferentes classificações para os geopolímeros, pode-se obter algumas aplicações conforme mostrado na Tabela 3.

Tipos de geopolímeros	Aplicações
$PS \longrightarrow Si:Al = 1:1$	- Isolamento térmico
	- Resistência ao fogo
$PSS \longrightarrow Si:Al = 2:1$	 Refratários para produção do Al
	- Cimento de alto desempenho
	 Encapsulamento de resíduos tóxicos
	- Componentes resistentes ao fogo
PSDS \longrightarrow Si:Al = 3:1	- Componentes resistentes ao fogo
	- Material de ferramentas para uso na faixa de
	temperatura entre 600 e 1000°C

Tabela 3 - Aplicações das diferentes classificações de geopolímeros

Fonte: Davidovits, 1991

3.1.4 Mecanismos de ativação

A transformação de estruturas vítreas, sejam elas amorfas, parcialmente amorfas ou metaestáveis, em um material cimentício compactado, é um processo químico chamado de ativação alcalina (PALOMO *et al.*, 1999). As espécies de aluminossilicatos dissolvem-se ao entrar em contato com uma solução alcalina, devido ao processo de lixiviação de Al³⁺e Si⁴⁺, e a concentração do ativador deve ser elevada para que haja êxito nesse processo (RATTANAASK *et al.*, 2009).

Alguns autores acreditam que o aumento do grau de polimerização é conseguido com a dissolução facilitada dos aluminossilicatos, obtidas no início da dissolução com a presença de íons hidroxila (OH-), onde quanto maior a quantidade de íons (OH-), maior a facilidade da dissolução dos aluminossilicatos (DAVIDOVITS, 1985; PHAIR, 2000; YIP *et al.*, 2005 *apud* KOMNITSAS *et al.*, 2007). A hidroxila funciona como um catalisador (DUXSON *et al.*, 2006; TORGAL *et al.*, 2008a).

A concentração a ser usada na obtenção dos geopolímeros também é um dado importante. A maioria dos autores trabalha com concentração de NaOH na faixa de 5-16 *mols*, RATTANASAK *et al.* (2009); OLIVIA *et al.* (2008); HARDJITO *et al.* (2004); e de KOH na faixa de 4-8 *mols* (ZARARAKI *et al.*, 2009; NUGTEREN *et al.*, 2009).

De acordo com Duxson *et al.* (2007), o processo de síntese dos polímeros inorgânicos compreende os seguintes processos (Figura 2):

• Dissolução: etapa onde ocorre a hidrólise superficial do mineral e também a desagregação pela solução alcalina de óxidos de Al e Si. As hidroxilas operam como catalisadoras e o metal como formador de estrutura; • Equilíbrio: as espécies dissolvidas reagem com os íons de silicato dissolvidos e ocorre a polimerização por condensação;

A formação do gel;

 $\bullet\, E$ a reorganização e a formação da estrutura final, polimerizando e endurecendo o produto da reação.

Figura 2 - Fluxograma da síntese dos geopolímeros



Fonte: Nagem, 2013

3.2 CERÂMICA VERMELHA

3.2.1 Definição

Cerâmicas vermelhas são produtos originados a partir da argila (normalmente encontrada nos sedimentos de rios e barragens), que é submetida ao processo de secagem e posteriormente à queima em elevadas temperaturas. Após o processo de queima, as cerâmicas apresentam como resultado uma coloração avermelhada, devido à presença de ferro na composição da argila. A sua utilização está presente em materiais da construção civil, tais como: tijolos maciços, blocos cerâmicos, telhas e outros (ISAIA, 2010).

No Brasil, os maiores polos cerâmicos estão localizados nas regiões sudeste e sul, onde está concentrada a maior produção de materiais cerâmicos. De acordo com a Associação Nacional da Indústria Cerâmica (2017), o número de cerâmicas e olarias no Brasil é de aproximadamente 6.900 empresas, responsáveis pela geração de 293 mil empregos diretos, aproximadamente 900 mil empregos indiretos, faturamento anual de R\$ 18 bilhões e representa 4,8 % do consumo da indústria da construção civil.

A Tabela 4 mostra a situação atual da atividade cerâmica no Brasil, mostrando através de indicadores referentes a número de empresas e produção anual, com média do ano de 2010 até o ano de 2015.

Produto	Nº empresas Aproximado	% aproximado por área	Produção/ano (Mil unidades)
Tijolos	4346	63	6.458.575
Telhas	2547	36	2.674.319
Tubos	10	0,1	6.716.063 kg*

Tabela 4 - Dados da Indústria Cerâmica no Brasil

Fonte: Associação Nacional da Indústria da Cerâmica, 2017

Apesar da expressiva produção apontada, a tecnologia da cerâmica vermelha ainda é antiga, desenvolvida há mais de 50 anos (ZANDONADI, 1996; DUALIBI, 1999).

O segmento da indústria de cerâmica vermelha é de grande importância no estado de Santa Catarina, tanto para o próprio setor cerâmico quanto para toda cadeia do macro complexo da construção civil, influenciando direta e indiretamente na economia do Estado (REDIVO, 2011).

Em Santa Catarina, 51,9 % das empresas produtoras de cerâmica vermelha estão localizadas na região do Alto Vale do Itajaí, 33,8 % na região Sul do Estado e 9,3 % na região do Oeste (Associação Nacional da Indústria da Cerâmica, 2008).

Na região Sul destacam-se como principais produtores de cerâmica vermelha os municípios de Morro da Fumaça e Sangão, onde esta atividade é responsável por aproximadamente 80% da renda de ambos os municípios.

A Figura 3 mostra a localização das principais cerâmicas na região sul do Estado de Santa Catarina.



Figura 3 - Localização das principais cerâmicas da região sul de SC

A Tabela 5 apresenta a produção de cerâmica vermelha na região de Morro da Fumaça, composta pelos municípios de Morro da Fumaça, Sangão, Treze de Maio, Jaguaruna, Cocal do Sul, Criciúma e Içara.

Tabela 5 - Produção de cerâmica vermelha na região de Morro da Fumaça

Descrição	Quantidade
Número de Empresas	156
Fabricante de Telhas	35
Fabricante de Blocos	121
Blocos/mês	80.000.000
Telhas/mês	20.000.000
Empregos Diretos	5.000

Fonte: Sindicato da Indústria da Cerâmica Vermelha, 2008

A fabricação de blocos cerâmicos de vedação (tijolo) compreende basicamente as seguintes etapas: extração da matéria-prima; estocagem a céu aberto e/ou ambiente coberto; beneficiamento das matériasprimas; formulação da massa cerâmica; processo de conformação; secagem (natural e/ou artificial); queima; estocagem e expedição (GRUN, 2007).

Fonte: Redivo, 2011

Na Figura 4 demonstra-se um fluxograma das etapas envolvidas neste processo.

Figura 4 - Fluxograma do processo de fabricação de cerâmica vermelha



Fonte: Adaptado de ABCERAM, 2012

3.2.2 Resíduos de cerâmica vermelha

A indústria de cerâmica vermelha e seus produtos desempenham um impacto sobre o alicerce de recursos naturais desde a extração de matérias-primas, sua transformação em produtos, consumo energético, geração de resíduos, uso e eliminação dos produtos pelos consumidores (RIBEIRO, 2008).

Com o constante crescimento da construção civil, o setor ceramista também apresentou um crescimento em sua produtividade, o que contribui ainda mais para a geração de resíduos sólidos gerados nos processos produtivos (BRASIL, 2014).

A geração de RCV rejeitados pelas cerâmicas brasileiras apresenta em média 14 % do valor total de toda produção, que correspondem em média a 3 milhões de tijolos por ano, equivalentes a 7.500 toneladas de resíduos (SEBRAE, 2008).

Estima-se que a quantidade de resíduo gerado pelas indústrias de cerâmica vermelha da região de Morro da Fumaça era em 2011 mais de 10 mil toneladas (REDIVO, 2011), conforme mostrado na Tabela 6.

au I annaça		
Descrição	Tijolos Produtos	Telhas
Produção mensal (peças)	80.000.000	20.000.000
Perda estimada (peças)	4.000.000	1.000.000
Massa unitária média (kg)	2,00	2,00
Massa total (t)	8.000	2.000
Volume total (m ³)	10.700	2.700

Tabela 6 - Estimativa de resíduos gerados por mês na região de Morro da Fumaça

Fonte: Redivo, 2011

Os principais RCV são decorrentes das perdas de produto acabado. Embora nas fases de conformação e secagem haja perdas significativas, estes RCV podem ser reaproveitados sendo incorporados ao processo, não causando impactos ao meio ambiente. Porém, o produto após ser submetido ao processo de queima, não pode ser incorporado ao processo como matéria-prima sem antes sofrer um processo prolongado de decomposição, portanto deve ser encaminhado corretamente (GROGOLETTI, 2001).

Quanto sua classificação, o RCV pode ser classificado segundo a resolução do CONAMA nº 307, como resíduo tipo I, classe A, e ainda

conforme a NBR 10004/2004 (Resíduos sólidos - classificação), pode ser classificado como resíduos classe II b - Inertes.

3.3 MATERIAIS COMPÓSITOS

3.3.1 Definição

Alguns autores definem materiais compósitos como sendo a junção de dois ou mais materiais, seja em escalas macroscópica e microscópica, podendo ser de diferentes formas, contínuas, descontínuas e aleatórias e de diferente composição química, onde um dos componentes, descontínuo, oferece a principal resistência, sendo o componente de reforço, e o outro, contínuo, oferece o meio de transferência do reforço à matriz, e que sejam insolúveis entre si (CHOU *et al.*, 1986; HOLLAWAY, 1994).

O material compósito é formado por duas fases: a matriz e o reforço. A matriz tem como objetivo proteger o reforço contra ações do meio ambiente e também abrasão, e o reforço tem como finalidade incrementar a resistência, podendo também reduzir a quantidade de material (GASSAN E BLEDZKI, 1999; ARGAWAL E BROUTMAN, 1990).

Os materiais compósitos surgiram desde a antiguidade, onde os povos primitivos utilizavam a mistura de argila e bambu (NETO E PARDINI, 2006), assim como mistura de argila com palha para a fabricação de tijolos de adobe (CROKER, 2008; MONTEIRO *et al.*, 2009).

A necessidade de se conseguir materiais que atendessem a uma quantidade maior de características em termos de estrutura e propriedades gerou a ideia de se unir um ou mais materiais, visando obter novos materiais, com propriedades ainda não exibidas por materiais convencionais (NETO E PARDINI, 2006; HULL, 1996).

Segundo alguns autores, os materiais compósitos também podem ser chamados de materiais compostos, conjugados ou reforçados (CHAWLA, 1993; CALLISTER, 2000; MOROZOV *et al.* 1989).

Quando comparados com os seus componentes isolados, os compósitos são materiais que apresentam excelentes propriedades mecânicas, químicas e físicas. Estes aspectos despertaram as atenções do meio científico, técnico e produtivo. Os principais aspectos norteadores são os altos custos dos materiais chamados convencionais e no âmbito ambiental, a responsabilidade de aproveitamento de resíduos ambientais e industriais (BROUTMAN E KROCK, 1967; KRISTIINA et al., 2009).

3.3.2 Classificação

Os componentes de um material compósito podem ser do tipo orgânico ou inorgânico, de forma regular ou irregular, fibroso ou não, com fragmentos ou como fibras curtas. Variáveis como concentração da fibra, adesão da fibra à matriz e os espaços vazios entre as fibras interferem no desempenho dos materiais compósitos (AQUINO *et al.*, 2005; ASHBEE,1993).

Os materiais compósitos são classificados em três divisões principais: os compósitos reforçados por fibras; os compósitos reforçados por partículas e os compósitos estruturais (CALLISTER, 2000).

A Figura 05 mostra a classificação dos materiais compósitos de acordo com a distribuição do material utilizado como reforço.



Figura 5 - Classificação dos materiais compósitos

Fonte: Callister, 2000

Os compósitos reforçados com fibras em sua fase estrutural apresentam a combinação de um material isotrópico e materiais compósitos resultando em uma estrutura que apresenta um balanço interessante de resistência mecânica (MARINUCCI, 2011).

O arranjo e a orientação das fibras dispostas na matriz em relação umas às outras, sua concentração e distribuição vão exercer influência direta na resistência e outras propriedades dos compósitos reforçados com fibras (ASKELAND; PHULÉ, 2011).

3.4 FIBRAS

3.4.1 Definição

Segundo Quinino (2015), consideradas elementos descontínuos, longos e finos, caracterizados por alta resistência à tração em sua direção longitudinal, as fibras se destacam como bons elementos de reforço, onde o aumento da durabilidade do compósito e ganhos estruturais à matriz são algumas propriedades que podem ser alcançadas. De acordo com Lopes (2017), a adição das fibras em um material compósito não impede que o material sofra fissuração, mas ela atua no controle da propagação das fissuras, melhorando assim as propriedades do material.

Ainda sobre propagação de fissuras, Martineau (2002) acrescenta que a ação das fibras nos materiais compósitos é impor um obstáculo à propagação de fissuras. Segundo Tanesi *et al.* (1997) e Matsumoto *et al.* (1998), a garantia da capacidade resistente após a abertura da fissura no material é conseguida devido ao fato que as fibras funcionam como uma ponte de transferência dos esforços através da fissura.

Conforme Moraes (2016), as fibras estão disponíveis de formas sintéticas ou fibras naturais, podendo ser distribuídas de diferentes formas, de acordo com a aplicação requerida: particulada, descontínua, contínua e nas orientações: aleatória, unidirecional ou bidirecional.

3.4.2 Fibra de vidro

Produzidas a partir do vidro, material com característica frágil, as fibras de vidro apresentam inúmeras vantagens que as tornam atrativas para utilização na construção civil. Segundo Peruzzi (2002), as fibras apresentam como vantagens: baixo coeficiente de dilatação térmica, resistência à tração e à vibração, retenção das propriedades mecânicas a altas temperaturas, grande alongamento na ruptura, facilidade de processamento e baixo custo se comparadas às outras fibras dúcteis. Cita ainda, que ao contrário ao amianto, as fibras de vidro não são passíveis de inalação.

A maior resistência das fibras de vidro em relação ao vidro é fundamentada em virtude da menor quantidade de defeitos microscópicos que a fibra de vidro tem quando comparada com o vidro. E estes defeitos são responsáveis pelo enfraquecimento dos materiais (OLIVEIRA *et al.*, 2000). De acordo com Ortenzi (2007), as fibras de vidro podem ser fabricadas para diversos fins, e as variações dos produtos obtidos estão associadas ao processo de filamentação que a fibra de vidro sofre:

• Feltros para isolamento termo-acústico;

• Fios para tecelagem de tecidos especiais diversos;

• Fios para fabricação de mantas e tecidos com finalidades estruturais.

Ainda segundo Ortenzi (2007) as fibras de vidro utilizadas na construção civil e em outros setores produtivos são, em sua maioria, produzidas a partir dos filamentos de vidro E.

3.4.3 Fibra de vidro tipo E

Conforme Cunha (2015), a fibra de vidro tipo E é a fibra de vidro mais utilizada no mundo, e algumas vezes também é chamada de convencional. De acordo com Daniel *et al.* (1994), os dois tipos de fibra de vidro mais usados são E e S. Apresentam como vantagens a alta resistência e o baixo custo e, como desvantagem, baixa dureza, baixa resistência à fadiga, baixa resistência a altas temperaturas e alta degradação quando submetidas à exposição em severas condições de umidade (ALMEIDA, 2004).

Segundo Ortenzi (2007), características como direção da disposição das fibras, o tipo de fibra, o porcentual de fibra em relação à matriz e a técnica de elaboração dos corpos de prova devem ser considerados para ensaios mecânicos da fibra de vidro associada a uma matriz. O arranjo ou orientação das fibras entre si, a sua concentração e a sua distribuição têm uma influência significativa sobre a resistência e sobre outras propriedades dos compósitos reforçados com fibras (SILVA, 2014).

Conforme mostrado na Figura 6, geralmente as fibras contínuas estão alinhadas, enquanto as fibras descontínuas podem se apresentar alinhadas e orientadas aleatoriamente.

Figura 6 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras (a) contínuas e alinhadas, (b) descontínuas e alinhadas e (c) descontínuas e orientadas aleatoriamente



Fonte: Callister, 2000

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental adotado para a realização deste trabalho está indicado sequencialmente na Figura 7, que especifica as atividades que foram realizadas. O procedimento experimental foi realizado no laboratório do Grupo de Materiais Cerâmicos (GMC), localizado no Parque Científico e Tecnológico (i·parque) da Universidade do Extremo Sul Catarinense (UNESC).

Figura 7 - Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Do Autor, 2018

A seguir são descritos detalhadamente os materiais e métodos que foram utilizados para obtenção dos geopolímeros e do material compósito, e as técnicas de caracterização utilizadas para análise do resíduo e dos geopolímeros. O material compósito consistiu na adição de fibra de vidro tipo E na matriz geopolimérica.

4.1 MATERIAIS

Para a obtenção de materiais inorgânicos conhecidos como geopolímeros, os aluminossilicatos, matérias-primas com fonte de sílica e alumina, são dissolvidos em meio altamente alcalino, como uma solução aquosa de hidróxido alcalino (DAVIDOVITS, 2008; YUN-MING *et al.*,2017; FAN *et al.*,2018).

Para a síntese do geopolímero, foi utilizado resíduo industrial proveniente de cerâmica vermelha (Figura 8 a) e para a confecção do material compósito adicionou-se fibra de vidro (Figura 8 b). O RCV foi obtido em uma empresa do referido segmento, localizada na cidade de Cocal do Sul/SC, e é oriundo do descarte após o processo de queima. O RCV foi escolhido como fonte de aluminossilicatos, pois apresenta composição química típica de matéria-prima argilosa, rica em sílica (SiO₂) e alumina(Al₂O₃), obtido pela calcinação de argilas cauliníticas e caulins a temperaturas entre 600 e 850 °C.

A fibra de vidro escolhida para a formação de material compósito foi a fibra de vidro tipo E, com espessura de 18 μ m, em fios de 200 fibras. A referida fibra foi escolhida por se tratar de um material com baixo peso específico, não rígido, extremamente flexível, com excelentes propriedades mecânicas e elétricas do vidro E e com a resistência à corrosão de ácidos do vidro E-CR, recomendada para uso em materiais que requerem maior resistência mecânica a esforços normais e de impacto. A fibra utilizada proveio de sobras de retalhos de tecidos.

Figura 8 - RCV (a) e fibra de vidro (b)



Fonte: Do Autor, 2018

Foi utilizada uma solução aquosa 10 mol/L de NaOH de grau analítico (NOVAIS et al., 2016; NATH, MAITRA e KUMAR, 2016). O NaOH em pérolas é da marca Fmaia, com peso molecular de 40,00 e pureza mínima de 97 %.

Com o objetivo de evitar a incorporação de outros íons metálicos na reação, podendo comprometer os resultados obtidos, foi utilizada água deionizada na solução aquosa de NaOH. A água foi deionizada em um deionizador da marca SPLabor, modelo SP-050C.

O silicato de sódio utilizado para a geopolimerização foi o silicato de sódio C-224 (BFR70) da marca Manchester Química do Brasil LTDA, com relação entre os óxidos SiO_2/Na_2O de 2,10-2,20, com teor de sólidos de 46,63 %.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Preparação das matérias-primas

Após a seleção do RCV, o mesmo passou por um processo de preparação. O RCV foi obtido diretamente no processo após a etapa de queima, em forma de fragmentos, com tamanhos variados. Após a sua obtenção, os mesmos foram fragmentados em tamanhos menores, utilizando um equipamento do tipo britador de mandíbulas. Após esse processo de fragmentação, o RCV passou por um processo de moagem a seco, onde o mesmo foi moído em moinhos de bolas do tipo planetário, com o objetivo de transformar os fragmentos do RCV em pó,

aumentando sua área superficial, obtendo assim uma maior reatividade do material. Os moinhos estavam devidamente calibrados com elementos moedores do tipo bolas de alumina de alta densidade, com diâmetros entre 13-23 mm, com peso total de 750 gramas. O tempo médio de moagem foi de 35 minutos.

Em seguida, o RCV em forma de pó foi submetido a um processo de secagem, com o intuito de retirar a umidade obtida durante o processo de moagem. Esta secagem ocorreu a 105 °C, por um período de 24 horas, em uma estufa de secagem da marca Sterilifer, modelo SX 1,5 DTMS.

Após o processo de secagem, o RCV foi submetido aos seguintes ensaios de caracterização: espectrometria de difração de raios X (DRX), distribuição do tamanho de partícula por difração a laser (DTP), análise química por fluorescência de raios X (FRX) e espectrometria ao infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).

As fibras de vidro foram picotadas, com o auxílio de uma ferramenta manual de corte, com o objetivo de deixá-las com o tamanho ideal para comporem a formulação do geopolímero. As fibras utilizadas são rejeito de fibras, e as mesmas foram utilizadas com comprimentos de 6 mm \pm 1 mm.

Através destes métodos para a preparação do RCV e da fibra de vidro, ambos ficaram aptos para a síntese do geopolímero e para formar o material compósito proposto.

4.2.2 Planejamento experimental

Por definição, planejamento experimental é um procedimento no qual alterações propositais são feitas nas variáveis de entrada de um processo, de modo que se possa avaliar as possíveis alterações sofrida pela variável resposta, bem como as razões de sua alteração.

Utilizando método estatístico para determinação das formulações, o planejamento experimental para a obtenção de uma solução gel pela mistura dos componentes foi do tipo mistura com restrições e 04 centroides. O centroide refere-se a uma composição intermediária entre as variáveis e a restrição imposta. As 07 formulações obtidas são mostradas na Tabela 7.

mistaras (percentaals em massa)			
Formulação	NaOH	Matéria-prima Silicato de Sódio	RCV
F1 V	30	15	55
F2 V	15	15	70
F3 V	15	30	55
F4 C (1)	22,5	22,5	55
F5 C (1)	22,5	15	62,5
F6 C (1)	15	22,5	62,5
F7 C (2)	20	20	60

Tabela 7 - Formulações utilizadas de acordo com um planejamento de misturas (percentuais em massa)

Fonte: Do Autor, 2018

Levando em consideração que os métodos estatísticos requerem que as observações, ou os erros, sejam variáveis aleatórias distribuídas independentemente, os experimentos, com suas réplicas, foram realizados de forma aleatória, de modo a garantir a distribuição equânime de todos os fatores não considerados.

A quantidade mínima e máxima dos reagentes em massa é apresentada na Tabela 8.

	1	
Matéria Prima	Valor mínimo (%)	Valor máximo (%)
NaOH	15	30
Silicato Sódio	15	30
RCV	55	70
E . D		

Tabela 8 - Quantidades de massa de matéria-prima

Fonte: Do Autor, 2018

Os valores mínimos e máximos de cada reagente adotados neste estudo para a obtenção do geopolímero foram determinados levando em consideração os resultados obtidos em estudos já realizados por Biella e Bernardin (BIELLA; BERNARDIN, 2017).

A Figura 9 mostra o diagrama triaxial das formulações utilizadas no estudo.



Figura 9 - Diagrama triaxial das formulações utilizada

Fonte: Do Autor, 2018

O material compósito foi obtido através da adição de fibra de vidro tipo E na composição que obteve melhor desempenho de resistência mecânica à compressão aos 28 dias. A Tabela 9 apresenta a formulação F6 com as respectivas adições da fibra de vidro tipo E. À formulação FC1 foi adicionada fibra de vidro tipo E na fração de 0,1 %, à formulação FC2 a fração de 0,2 % e à formulação FC3 a fração de 0,3%. O percentual de fibra de vidro tipo E adicionado foi sobre a massa do RCV.

		Matéria Prima (% em massa)		
Formulação	NaOH	Silicato de Sódio	RCV	Fibra de vidro tipo E
FC1	15	22,5	62,5	0,625
FC2	15	22,5	62,5	1,250
FC3	15	22,5	62,5	1,875

Tabela 9 - Formulações do material compósito

Fonte: Do Autor, 2018

4.2.3 Síntese

A síntese do geopolímero compreendeu a mistura física dos materiais propostos: RCV, solução aquosa 10 mol/L de NaOH e silicato de sódio, e no material compósito houve a adição da fibra de vidro tipo E. A geopolimerização ocorreu tendo como variáveis a quantidade em massa de cada material já citado.

O processo de geopolimerização aconteceu mediante algumas etapas, como mostrado na Figura 10.

Figura 10 - Etapas do processo de geopolimerização



Fonte: Do Autor, 2018

Inicialmente, foi realizada a preparação da solução aquosa de NaOH 10 mol/L. A preparação foi realizada adicionando-se 400 gramas de NaOH para cada 1 litro de água deionizada. Em seguida, procedeu-se com a agitação da solução até a total dissolução do NaOH na água deionizada. Por fim, a solução ficou em repouso até alcançar a temperatura de 28 °C \pm 0,5 °C.

Em seguida, foi efetuada a dosagem dos componentes em uma balança laboratorial, devidamente calibrada. A dosagem de cada componente foi efetuada de acordo com a tabela de formulações para cada composição.

Após os componentes estarem devidamente dosados, procedeu-se com a mistura dos mesmos, adicionando-se a solução aquosa 10 mol/L de NaOH e silicato de sódio em uma argamassadeira da marca EMIC, modelo AG-5, que permaneceu em agitação por um tempo de 10

minutos. Em seguida a solução ficou em repouso até alcançar a temperatura de 28 °C \pm 0,5 °C. Obtida a temperatura, foi adicionado a esta mistura, o RCV, permanecendo em agitação severa por um tempo de 10 minutos, até completa homogeneização.

Por fim, após o processo de homogeneização das misturas, as mesmas foram vertidas em moldes cilíndricos de polipropileno, medindo 30 mm de diâmetro e 70 mm de altura, e em seguida passaram por um processo de vibração durante o tempo de 1 minuto, com objetivo de eliminar bolhas de ar.

4.2.4 Cura

Após o processo de síntese geopolimérica estar finalizado, os moldes dos geopolímeros foram tapados com um filme plástico, e acondicionados para cura em laboratório, em uma estufa de secagem da marca Sterilifer, modelo SX 1,5 DTMS, a 45 °C por um período de 72 horas. Em seguida, a cura foi feita em temperatura ambiente, durante 28 e 133 dias.

Após os tempos de cura citados, os geopolímeros foram submetidos a ensaios para sua caracterização.

4.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÕES UTILIZADAS

Para caracterização do RCV, foram utilizadas as seguintes técnicas de caracterização: DRX, DTP, FRX e FTIR. Para execução destes ensaios, foi utilizado o RCV após o processo de moagem, não sendo necessário qualquer procedimento posterior a esta etapa para preparo da amostra.

Para os geopolímeros, foram utilizadas as seguintes técnicas de caracterização: DRX, densidade aparente e densidade real, porosidade, resistência à compressão, calorimetria diferencial de varredura e termogravimetria (DSC/TG) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Para execução do ensaio de resistência à compressão, os corpos de prova (CP's) tiveram suas faces devidamente preparadas, de forma com que ambas ficassem paralelas entre si, evitando assim, influência no valor final obtido da resistência à compressão.

Já para a execução dos ensaios de DRX, DSC/TG e densidade real, o geopolímero foi destorroado com o auxílio de um almofariz e pistilo, de modo a possibilitar que o mesmo fosse peneirado utilizando uma peneira de malha 325 *mesh*. Este material passante foi então separado para a realização dos ensaios citados.

Para a realização do ensaio de densidade aparente, os CP's foram preparados através da sua impermeabilização com cera. E para a realização do ensaio de MEV, foram escolhidos fragmentos dos geopolímeros obtidos através dos ensaios de resistência à compressão.

4.3.1Espectrometria de Difração de Raios X (DRX)

Além de oferecer dados sobre a estrutura cristalográfica dos materiais analisados, a técnica de DRX permite a identificação das fases cristalinas e o grau de amorfismo das amostras. O método DRX baseiase na incidência de feixes de raios X monocromáticos sobre as amostras (ADAMS, 2017).

A análise por DRX foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais do i·dt/UNESC, através de um difratômetro de raios X (marca Shimadzu, modelo XRD-6000), goniômetro 20, radiação K_{α} com tubo de cobre de comprimento de onda (λ) de 1,5406 Å. O passo realizado nas análises foi de 2 °/min. O intervalo de medição foi de 3 ° a 80 °, com aceleração de 25 kV e voltagem de 25 mA.

4.3.2 Análise Química por Fluorescência de Raios X (FRX)

A análise Química por FRX é uma técnica de análise de composição química para amostras sólidas ou líquidas, que determina e quantifica os óxidos presentes, tendo como resultado porcentagens relativas dos teores presentes nos materiais (LIMA, 2010).

Esta técnica de caracterização foi utilizada para a caracterização do resíduo industrial de cerâmica vermelha, com o intuito de identificar os óxidos presentes no material. Para a realização desta técnica, foi utilizado um equipamento do tipo espectrômetro de raios X da marca Panalytical, modelo Axios Max, por dispersão de comprimento de onda (WDXRF). O ensaio foi realizado no Laboratório de Desenvolvimento e Caracterização de Materiais do Instituto SENAI de Tecnologia Cerâmica da cidade de Criciúma/SC, e as amostras foram preparadas por fusão em tetraborato de lítio.

4.3.3 Espectrometria ao Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Esta técnica foi utilizada para identificar as ligações químicas presentes nos materiais utilizados e a ligação química que comprove a formação dos geopolímeros (SPRICIGO, 2017).

Para esta técnica de caracterização foi utilizado um espectrofotômetro de FTIR marca Bruker, modelo TENSOR II. A análise foi realizada diretamente sobre a amostra, com varredura em MIR com intervalo de 4000 a 400 cm⁻¹.

4.3.4 Distribuição de Tamanho de Partícula (DTP)

Esta técnica de caracterização de difração a laser mede as distribuições de tamanho das partículas por medição da variação angular na intensidade da luz difundida à medida que um feixe de laser interage com as partículas dispersas da amostra. Partículas pequenas dispersam a luz em grandes ângulos em relação ao feixe de laser, e partículas grandes dispersam a luz em pequenos ângulos (MALVERN, 2016).

A DTP é uma técnica de caracterização utilizada para aferir os tamanhos das partículas e a sua distribuição na amostra ensaiada. Esta técnica foi utilizada nesta pesquisa para caracterizar a distribuição do tamanho de partícula do resíduo de cerâmica vermelha, através da utilização de um granulômetro da marca CILAS, modelo 1064, com o uso de poliacrilato de sódio como agente dispersante, permitindo medir intervalos de tamanhos de partículas de 0,04 a 500 µm.

4.3.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de MEV foi realizada nos geopolímeros sintetizados, com o objetivo de visualizar a estrutura dos geopolímeros, para identificar possíveis fissuras e poros.

Para execução de tal técnica, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss modelo EVO MA10. O ensaio foi realizado sobre a amostra fraturada e sem tratamento de superfície.

4.3.6 Calorimetria Diferencial de Varredura e Termogravimetria (DSC/TG)

Considerada uma técnica termo analítica baseada na avaliação do calor resultante de transições exotérmicas e endotérmicas, o DSC/TG

resulta em propriedades físicas e térmicas dos materiais como: capacidade térmica, calorimetria, reações e mudanças de fases (ARMIJO, 2003).

A termogravimetria é uma técnica que determina a variação da massa de uma amostra em função do aumento da temperatura, onde essa variação pode ocorrer devidos a fatores, tais como: evaporação, decomposição, mudança de propriedades magnéticas, entre outras. Neste método, a diferença de massa é apontada pelo balanço térmico enquanto a temperatura registrada do material é anotada como os sinais aferidos em função do tempo (TG ou sinal DTG) (MOUKHINA, 2014).

As técnicas descritas foram utilizadas neste estudo com objetivo de identificar eventos endotérmicos ou exotérmicos, bem como a variação de massa dos resíduos. A técnica DSC/TG foi realizada utilizando um simulador simultâneo da marca Nietzsch, modelo STA 449 F3 Júpiter. As condições de ensaio foram: temperatura final de 1000°C, taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera de ar sintético.

4.3.7 Resistência à compressão

A resistência à compressão de um material pode ser obtida pelo ensaio de compressão uniaxial, que consiste na aplicação de duas forças de compressão sobre o mesmo eixo, concentradas e opostas, em um material cilíndrico. As forças atuantes no ensaio geram tensões ao longo do diâmetro do corpo de prova cilíndrico (DE SOUSA, 2013).

Para determinar a resistência à compressão dos corpos de prova dos geopolímeros desenvolvidos, foi utilizada uma máquina de ensaios universal da marca EMIC, modelo DL 10000, sendo aplicada uma carga uniforme, contínua e sem choque com velocidade de 1 mm/min.

4.3.8 Densidade Aparente

Baseada no princípio de Arquimedes, a densidade aparente é obtida através da força do empuxo, que é descrita como sendo o volume de um líquido deslocado em virtude da imersão de um corpo, que corresponde ao próprio volume do corpo (ZHANG *et al.*, 2010).

Para a determinação da densidade aparente dos geopolímeros, foi necessário impermeabilizar e pesar as amostras, para depois realizar a imersão em água. Através da imersão das amostras em água, foi possível obter o valor correspondente ao volume das mesmas. A Equação 2 foi usada para calcular a densidade aparente das amostras.

$$\rho_{ap} = \frac{m}{(m_s - m_i)} (Equação 2)$$

Onde:

 ρ_{ap} = densidade aparente (g/cm³)

m = massa inicial (g)

 m_{s} - m_{i} = diferença entre a massa da amostra impermeabilizada (m_{s}) e a massa da amostra imersa (m_{i}), com o volume do corpo em imersão (cm^{3}).

4.3.9 Densidade Real

A densidade real dos geopolímeros foi determinada através da técnica de picnometria à hélio, que utiliza o gás hélio para determinar o volume real do material. Desta forma, a densidade real é calculada pela razão entre a massa do geopolímero e o volume de gás hélio necessário para preencher as cavidades existentes no material.

Para a técnica citada, foi utilizado um Picnômetro a Gás Hélio Ultrapyc 1200e, marca Quantachrome.

4.3.10 Porosidade

Para a determinação da porosidade dos geopolímeros, foi utilizada a Equação 3, onde a porosidade é determinada através da relação dos valores obtidos na densidade aparente pela densidade real.

$$P = (1 - \frac{\rho_{aparente}}{\rho_{real}}) * 100 (Equação 3)$$

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

CARACTERIZACÃO DO RESÍDUO DE CERÂMICA 5.1 VERMELHA

Pelos resultados obtidos nas caracterizações do RCV, foi possível avaliar suas propriedades mineralógicas. Os resultados das análises as quais o RCV foi submetido são apresentados nos tópicos a seguir.

5.1.1 Análise Ouímica

A determinação e quantificação dos óxidos presentes na amostra do RCV são mostradas na Tabela 10, onde os valores são apresentados pela porcentagem relativa dos teores presentes de cada óxido.

Tabela 10 - Ar	<u>nálise químic</u> a do
Elementos	<u>Teor (%)</u>
SiO ₂	69,8
Al_2O_3	17,3
Fe_2O_3	6,1
K_2O	2,6
MgO	1,5
TiO_2	1,1
Na ₂ O	0,44
CaO	0,4
ZrO_2	0,15
P_2O_5	0,12
Perda Fogo	< 0,39

RCV

Fonte: Do Autor, 2019

Conforme a análise química apresentada, nota-se que o principal óxido constituinte do RCV é o óxido de silício (SiO2), contendo um teor de 69.8 %, seguido do óxido de alumínio (Al₂O₃), com um teor de 17,3%. Este percentual de ambos os óxidos é atrativo para utilização deste RCV como material de partida para a obtenção de geopolímeros, pois apresentam características que propiciam a geopolimerização.

O RCV também possui em sua composição o óxido de ferro (Fe₂O₃) entre os elementos majoritários. Isso se deve ao fato de que este elemento é característico na composição das argilas, matéria-prima utilizada em grandes proporções nas formulações de massa para a obtenção de produtos de cerâmica vermelha.

Em quantidades minoritárias, o RCV apresenta outros óxidos conforme já mostrado na Tabela 10. Também foi possível identificar o conteúdo de matéria orgânica pelo percentual de perda ao fogo. O baixo percentual se deu devido ao fato de o resíduo já ter sido passado por um processo de queima.

5.1.2 Tamanho de Partícula

Para a síntese de materiais geopoliméricos, é de extrema importância o conhecimento do tamanho da partícula do material utilizado como material precursor, pois a reação de geopolimerização pode sofrer variação.

O RCV foi moído com o intuito de reduzi-lo a pó, obtendo assim, um material com maior área superficial, e consequentemente maior reatividade. Pela obtenção de um material fino, a geopolimerização é facilitada aumentando, consequentemente, a resistência do material geopolimérico.

Na Tabela 11 são mostrados os diâmetros equivalentes e a porcentagem da distribuição do RCV.

Diâmetro (µm)	
10% abaixo de	1,44
50% abaixo de	6,61
90% abaixo de	25,48
Médio	10,28
Easter Da Aster 2010	

Tabela 11 - Distribuição do tamanho de partícula do RCV

Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 11 mostra a distribuição de tamanho das partículas do RCV utilizado para a síntese dos materiais geopoliméricos.



Figura 11 - Distribuição de tamanho de partículas de RCV

Fonte: Do Autor, 2019

Conforme mostrado na Figura 11, o RCV tem 100 % do tamanho de partícula abaixo de 45 $\mu m.$

5.1.3 Análise Mineralógica

Conforme revisão bibliográfica, para a produção de materiais geopoliméricos, a fase amorfa presente na matéria-prima é de grande importância, pois é ela quem apresenta maior energia, sendo, portanto, mais reativa.

Para o RCV utilizado como fonte precursora para a produção do geopolímero, conforme mostrado na Figura 12, não houve a formação de fase amorfa, mas sim, fase cristalina. Segundo Shi *et al.* (2006), tal fato denota uma menor reatividade desse resíduo frente a outros tipos de resíduos.

Portanto, em virtude do material não apresentar fase amorfa, o mesmo foi submetido ao processo de moagem para assim obter-se uma maior reatividade.

A Figura 12 mostra o difratograma do RCV utilizado para a obtenção do material geopolimérico, com a estrutura cristalina devidamente identificada.



Figura 12 - Difratograma do RCV

Fonte: Do Autor, 2019

A fase cristalina presente foi identificada utilizando os bancos de dados JCPDS. A análise do difratograma mostra que o RCV é formado pela fase cristalina quartzo (SiO₂, JCPDS 46-1045).

5.1.4 Espectrometria ao Infravermelho por Transformada de Fourier

A Figura 13 apresenta o espectro de infravermelho detalhado para o intervalo entre 4.000 e 400 cm⁻¹ referente à amostra de RCV. Este intervalo mostra a região de infravermelho onde estão localizadas as bandas específicas dos compostos químicos orgânicos ou inorgânicos.



Figura 13 - Espectro de FTIR do RCV



O espectro da amostra de RCV apresentou uma banda em 2342 cm⁻¹, identificada como deformação axial simétrica do CO₂. Conforme Silverstein (1998), a deformação assimétrica do CO₂ ocorre em bandas entre 2360 e 2342 cm⁻¹.

O trabalho de Song *et al.* (2009) identificou uma banda de absorção na região de 1080 cm⁻¹, referente à vibração da ligação Si-O-Si. No espectro da amostra de RCV observa-se uma banda em 1091cm⁻¹, que se refere à vibração de alongamento assimétrico do Si-O-Si.

Conforme Piqué *et al.* (2012), Allahverdi *et al.*(2009) e Tantawy *et al.*(2014), a vibração de alongamento assimétrico do Si-O-Si acontece na banda a 1091 cm⁻¹.

O trabalho de Martin *et al.* (2007) identificou as bandas de absorção próximas a 797 cm⁻¹, relativas à vibração de alongamento simétrico de Si-O-Si. A referida banda é observada no espectro do RCV, conforme Figura 13.

A banda a669 cm⁻¹ também é mostrada no espectro do RCV. Conforme Piqué *et al.* (2012) e Springfield (2011), esta banda refere-se à dobra do Si-O.

A banda a 461 cm⁻¹ no espectro pode ser atribuída ao alongamento da ligação Si-O (SPRINGFIELD, 2011).

Pela análise do espectro de FTIR do RCV, foram identificadas as ligações Si-O-Si, que são ligações químicas características da formação geopolimérica.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DO GEOPOLÍMERO

Com o intuito de verificar se o RCV apresenta potencialidade para ser utilizado para a obtenção de geopolímeros, as formulações foram submetidas a algumas caracterizações, que são descritas na sequência.

5.2.1 Determinação da Resistência Mecânica

A resistência mecânica dos geopolímeros foi determinada pelo ensaio de resistência à compressão. A Figura 14 apresenta as formulações dos geopolímeros estudados, bem como os valores de resistência mecânica à compressão, com 28 e 133 dias de cura.







As formulações F1 e F2 apresentaram dificuldades durante o processo de desmoldagem e preparação para caracterização.

Na formulação F1, o processo de geopolimerização não resultou em bons resultados, onde o material não "curou" o suficiente para ter uma desmoldagem natural, pois os mesmos estavam "visivelmente úmidos". Desta forma, os mesmos foram desmoldados de forma forçada, para serem caracterizados. Porém, estas caracterizações não foram possíveis, pois os geopolímeros desta formulação não apresentaram as mínimas condições de preparo para os ensaios de caracterização, mesmo após os tempos de cura estipulados.

Para a formulação F2 os geopolímeros apresentaram um bom processo de cura, sendo desmoldados facilmente. Porém, no momento de preparar o material para o ensaio de resistência mecânica, percebeuse que os mesmos estavam quebradiços, o que dificultou o manuseio e preparo do material.

Em ambos os casos, os processos de síntese e cura foram refeitos para confirmar tais resultados, e tanto a F1 quanto a F2 apresentaram os mesmos comportamentos que haviam apresentado anteriormente.

Para as demais formulações, os resultados de resistência mecânica à compressão foram de, mínimo de 1,9 MPa para a F4 aos 28 dias de cura, e máximo de 16 MPa para a F6, também aos 28 dias de cura. Para o tempo de cura de 133 dias, o valor mínimo de resistência mecânica à compressão foi de 10,2 MPa para a formulação F4, e o valor máximo foi para a formulação F3, que alcançou o valor de 28,9 MPa.

Para uma melhor análise e compreensão dos resultados obtidos, foram realizados estudos estatísticos utilizando o software Statistica. A análise de variância (ANOVA) é uma técnica estatística que visa, fundamentalmente, verificar se os fatores exercem alguma influência em alguma variável dependente, e também se existe diferença significativa entre as médias encontradas.

A Tabela 12 apresenta a ANOVA para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros aos 28 dias de cura.

Modelo	SQ	GL	MQ	F	р	R ² ajustado
Linear	70,6505	2	35,3252	1,0604	0,4270	0,0197
Quadrático	108,5789	2	54,2894	4,4025	0,1851	0,6371
Total	203,8919	6	33,9819			
Ajustado						

Tabela 12 - Análise da variância da resistência mecânica à compressão com 28 dias de cura

Onde: SQ = soma dos quadrados; GL = graus de liberdade; MQ = médias quadráticas; F = teste de Fischer; p = teste de confiabilidade; R²= ajuste ao modelo.

Fonte: Do Autor, 2019

Com base na Tabela 12, observando inicialmente o modelo linear, percebe-se que a confiabilidade nos resultados dada pelo valor do teste de confiabilidade (p) foi de 57,3 %, e o valor do coeficiente de determinação ajustado ao modelo ($R^2_{ajustado}$) foi de 0,0197.

Com base nos baixos valores apresentados para a confiabilidade dos resultados, bem como para o baixo $R^2_{ajustado}$, partiu-se para a análise do $R^2_{ajustado}$, e com base na Tabela 13, identificou-se que o valor $R^2_{ajustado}$ (0,0197) está entre os valores 0 e 0,09, indicando assim, uma fraca correlação entre as variáveis.

Tabela 13 - Classificação do coeficiente de determinação ajustado

Coeficiente	Correlação
$R^2_{ajustado} = 0$	Nula
$0 < R^2_{ajustado} \le 0.09$	Fraca
$0,09 < R^2_{aiustado} \le 0,49$	Média
$0,49 < R^2$ aiustado $\leq 0,81$	Forte
$0,81 < R^2_{aiustado} \le 0,9801$	Fortíssima
$0,9801 < \dot{R}^2_{ajustado} \le 1$	Perfeita

Fonte: Coutinho et al., 2012 (adaptada pelo Autor, 2019)

Pelos resultados obtidos com base na análise do modelo linear, partiu-se para a análise do modelo quadrático. Para este novo modelo, a ANOVA foi realizada excluindo a interação entre os fatores NaOH e silicato de sódio.

Sem a influência da interação entre o NaOH e o silicato de sódio, o valor de p obtido foi de 0,1851, o que significa dizer que a confiabilidade dos resultados é de 81,5 %, e o valor do $R^2_{ajustado}$ (0,6371)
ficou entre os valores 0,49 e 0,81, o que indica forte correlação entre as variáveis das formulações.

A Figura 15 mostra o gráfico de distribuição de resíduos para a análise dos geopolímeros com 28 dias de cura. O gráfico mostra indícios da independência ou não entre os resíduos. Se algum comportamento sistemático for observado no gráfico, têm-se indícios de que alguma variável "extra" influenciou nos resultados do experimento. Analisando o gráfico, em função da dispersão dos pontos obtidos, nota-se que o experimento foi realizado de forma aleatória, não seguindo nenhum padrão específico, o que demonstra que o ensaio não foi realizado de forma tendenciosa.

Figura 15 - Gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros com 28 dias de cura



Na Figura 16 está representado o gráfico de distribuição normal para a análise dos geopolímeros com 28 dias de cura. Analisando o gráfico, em função da tendência do posicionamento dos pontos ser próxima à reta, pode-se concluir que o gráfico mostra que os dados seguem uma distribuição normal.



Figura 16 - Gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com 28 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 17 mostra o diagrama de Pareto para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura. O diagrama de Pareto ordena as frequências das ocorrências pela representação em um gráfico de colunas, da maior para a menor, permitindo a priorização dos problemas. A grande vantagem deste diagrama é possibilitar uma fácil visualização e identificação das causas ou problemas mais importantes do planejamento.

A análise dos parâmetros foi realizada quanto à influência que cada material da composição apresentou sobre a resistência mecânica à compressão.



Figura 17 - Diagrama de Pareto da resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura

Efeitos Estimados (valores absolutos)

Fonte: Do Autor, 2019

Como pode ser observado no diagrama de Pareto, o silicato de sódio, a interação entre o silicato de sódio e o RCV e a interação entre o NaOH e o RCV, são os fatores com maior significância estatística para a resistência mecânica à compressão para os geopolímeros com 28 dias de cura, enquanto o RCV e a solução de NaOH não apresentam influência significativa sobre a resistência mecânica dos geopolímeros com 28 dias de cura. Ainda conforme o diagrama da Figura 17, tanto para os materiais quanto para suas interações, os efeitos estimados apresentam uma confiabilidade inferior a 95 %.

A Figura 18 apresenta o gráfico de superfície de resposta para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura. Uma ferramenta importante, o gráfico de superfície de resposta é uma figura obtida quando uma variável resposta é representada graficamente em função de um ou mais fatores do processo, tornando-se útil para otimização de processos.



Figura 18 - Gráfico de superfície de resposta para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura

Como observado no gráfico de superfície de resposta da Figura 18, há um aumento da resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura, conforme se utiliza silicato de sódio e RCV, enquanto a utilização da solução de NaOH nas formulações diminui a resistência mecânica à compressão do geopolímero.

A Equação 4 refere-se à equação de regressão do modelo quadrático, que melhor representa a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 28 dias de cura.

Spricigo (2017), utilizou resíduo de vidro plano e de anodização de alumínio como matérias-primas precursoras para obtenção de geopolímeros, e a melhor resistência mecânica à compressão com 28 dias de cura foi encontrada na composição geopolimérica 01, sendo no valor de 14,8 MPa.

Fonte: Do Autor, 2019

Observa-se que há um aumento nos valores referentes à resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com um maior tempo de cura, em decorrência da geopolimerização.

A Tabela 14 apresenta a ANOVA para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura.

Tabela 14 - Análise da variância da resistência mecânica à compressão com 133 dias de cura

Modelo	SQ	GL	MQ	F	р	R ² ajustado
Quadrático	479,3650	2	131,5476	27,0911	0,0356	0,9301
Total Ajustado	1760,1547	6	126,6925			

Onde: SQ = soma dos quadrados; GL = graus de liberdade; MQ = médias quadráticas; F = teste de Fischer; p = teste de confiabilidade; R^2 = ajuste ao modelo.

Fonte: Do Autor, 2019

Para o modelo quadrático nota-se uma significância estatística, conforme o valor referente ao teste de Fischer (F), com valor de p de 0,0356, o que significa dizer que a confiabilidade nos resultados é de 96,4 %.

Para analisar a correlação entre as variáveis foi analisado o $R^{2}_{ajustado}$. Com base na Tabela 13, identifica-se que o valor de $R^{2}_{ajustado}$ (0,9301) está entre os valores 0,81 e 0,9801, o que significa dizer que existe uma fortíssima correlação entre as variáveis.

Para mostrar que os experimentos dos geopolímeros com tempo de cura de 133 dias também foram realizados de forma aleatória, ou seja, que os ensaios não foram realizados de forma a pressupor uma manipulação dos resultados, a Figura 19 mostra o gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros com 133 dias de cura, em função da dispersão dos resultados experimentais.



Figura 19 - Gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros com 133 dias de cura

A Figura 20 mostra o gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com 133 dias de cura. O gráfico mostra que a distribuição dos dados é normal, pois os pontos relativos aos resultados experimentais distribuem-se sobre a reta ou próximos a ela.

Figura 20 - Gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 21 mostra o diagrama de Pareto para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura. Assim como para os geopolímeros com 28 dias de cura, a análise dos parâmetros foi realizada quanto à influência que cada material da composição apresentou sobre a resistência mecânica à compressão. Percebe-se que para a resistência mecânica à compressão do geopolímero com 133 dias, alguns fatores apresentam confiabilidade inferior a 95%.

Figura 21 - Diagrama de Pareto da resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura



Resistência Mecânica (MPa)

Conforme mostrado no diagrama de Pareto da Figura 21, o silicato de sódio e a interação entre as variáveis solução de NaOH e RCV são os fatores com maior significância estatística para a resistência mecânica à compressão para os geopolímeros com133 dias de cura. A interação entre silicato de sódio e RCV e individualmente o RCV e a solução de NaOH não afetaram a resistência mecânica dos geopolímeros a 95% de significância. Percebe-se, pelo diagrama de Pareto, que tanto o silicato de sódio quanto a interação entre NaOH e RCV apresentam uma confiabilidade superior a 95%.

Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 22 apresenta o gráfico de superfície de resposta para a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura.





Fonte: Do Autor, 2019

Observa-se no gráfico de superfície de resposta da Figura 22, que há um aumento da resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura, conforme se utiliza o silicato de sódio e o RCV interagindo com o NaOH. A utilização da solução de NaOH e RCV nas formulações diminui a resistência mecânica à compressão do geopolímero.

A Equação 5 mostra a equação de regressão do modelo quadrático, que melhor representa a resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com 133 dias de cura.

5.2.2 Análise Mineralógica

Nas Figuras 23 e 24 têm-se o difratograma do RCV e das formulações dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura, respectivamente.

Figura 23 - Difratograma do RCV e das formulações de geopolímeros com 28 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Figura 24 - Difratograma do RCV e das formulações de geopolímeros com 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Observando os difratogramas das Figuras 23 e 24 nota-se que não existe alteração de fase nos geopolímeros sintetizados, tanto com 28 dias de cura assim como os geopolímeros com 133 dias de cura. Também não existe alteração da fase encontrada nos geopolímeros comparada com a fase cristalina identificada no RCV.

A fase cristalina presente foi identificada utilizando os bancos de dados JCPDS. A análise do difratograma mostra que o RCV e as formulações dos geopolímeros são formados pela fase cristalina quartzo (SiO₂, JCPDS 46-1045).

5.2.3 Densidade Aparente

A densidade aparente para os geopolímeros com 133 dias de cura foi determinada, e é mostrada na Figura 25.

Figura 25 - Densidade aparente das formulações de geopolímeros com 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Os resultados obtidos para a densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura variaram de 1.927 kg/m³, referente à formulação F2, até 2.228 kg/m³, referente à formulação F6. Estas variações ocorreram em função das diferentes composições das formulações.

A Tabela 15 apresenta os valores da densidade aparente de cada formulação do geopolímero com 133 dias de cura.

Formulação	Ν	Matéria-prima	Densidade aparente	Desvio padrão	
3	NaOH	silicato de sódio	RCV	(kg/m ³)	
F1 V	30	15	55	2.058	40,3
F2 V	15	15	70	1.928	83,8
F3 V	15	30	55	2.173	107
F4 C (1)	22,5	22,5	55	2.103	40,4
F5 C (1)	22,5	15	62,5	2.220	21,6
F6 C (1)	15	22,5	62,5	2.228	26,3
F7 C (2)	20	20	60	2.225	30

Tabela 15 - Densidade aparente para os geopolímeros com 133 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

A Tabela 16 apresenta a ANOVA para a densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura.

Tabela 16 - Análise da variância da densidade aparente para geopolímeros com 133 dias de cura

Modelo	SQ	GL	MQ	F	р	R ² ajustado
Quadrático	0,0620	3	0,0206	3034,596	0,0133	0,9994
Total	0,0753	6	0,0125			
Ajustado						

Onde: SQ = soma dos quadrados; GL = graus de liberdade; MQ = médias quadráticas; F = teste de Fischer; p = teste de confiabilidade; $R^2=$ ajuste ao modelo.

Fonte: Do Autor, 2019

Para o modelo quadrático, obteve-se um valor de p de 0,0133 o que significa dizer que a confiabilidade nos resultados é de 98,7 %, e nota-se também, uma grande significância estatística para o modelo, dada pelo teste de Fischer (F)

Analisando a correlação entre as variáveis, pela análise do $R^{2}_{ajustado}$, com base na Tabela 13, verifica-se que o valor $R^{2}_{ajustado}$ (0,9994) está entre os valores 0,9801 e 1, significando dizer que a correlação entre as variáveis é perfeita.

A Figura 26 mostra o gráfico de distribuição de resíduos para os ensaios de determinação da densidade aparente para os geopolímeros com 133 dias de cura, onde pode-se afirmar, em virtude da dispersão dos pontos no gráfico, que os ensaios foram realizados de forma aleatória.

Figura 26 - Gráfico de distribuição de resíduos para os geopolímeros com 133 dias de cura



Na Figura 27 representa-se o gráfico de distribuição normal para os ensaios de determinação da densidade aparente para os geopolímeros com 133 dias de cura. O gráfico mostra, em função do posicionamento dos pontos com relação a reta, que os dados seguem uma distribuição normal.



Figura 27 - Gráfico de distribuição normal para os geopolímeros com 133 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 28 mostra o diagrama de Pareto para a densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura. A análise dos parâmetros foi realizada quanto à influência que cada material da composição apresentou sobre a densidade aparente. Todos os materiais utilizados nas formulações apresentam confiabilidade superior a 95%, incluindo suas interações. Figura 28 - Diagrama de Pareto da densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura



Efeitos Estimados (valores absolutos)

Fonte: Do Autor, 2019

Conforme apresentado no diagrama de Pareto, o silicato de sódio, a solução de NaOH e o RCV apresentaram a maior significância estatística sobre a densidade aparente para os geopolímeros com 133 dias de cura. A interação entre a solução de NaOH e o RCV, e a interação entre o silicato de sódio e o RCV também influenciaram positivamente a densidade aparente dos geopolímeros, entretanto, com menor significância. Quanto à interação entre a solução de NaOH e o silicato de sódio, sua influência sobre a densidade aparente dos geopolímeros foi negativa, ou seja, diminui o valor da densidade aparente dos geopolímeros.

Os fatores que influenciaram positivamente no valor da densidade aparente dos geopolímeros apresentaram para os efeitos estimados uma confiabilidade superior a 95 %.

Na Figura 29 é apresentado o gráfico de superfície de resposta para a densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura.

87



Figura 29 - Gráfico de superfície de resposta para a densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

No gráfico de superfície de resposta observa-se que há um aumento da densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura, conforme se utiliza o silicato de sódio, a solução de NaOH e o RCV. A interação entre a solução de NaOH e o RCV, assim como a interação entre o silicato de sódio e o RCV, também aumentam a densidade aparente dos geopolímeros.

A Equação 6 mostra a regressão do modelo quadrático, que melhor representa a densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura.

$$\begin{aligned} \text{DAP} &= +(2,059_{\text{NaOH}}) + (2,169_{\text{Silicato Sódio}}) + (1,929_{\text{RCV}}) \\ &- (0,055_{\text{NaOH x Silicato Sódio}}) + (0,904_{\text{NaOH x RCV}}) \\ &+ (0,724_{\text{Silicato Sódio x RCV}}) \end{aligned} \tag{Equação 6}$$

A densidade aparente dos geopolímeros com 28 dias de cura não pode ser analisada de forma estatística, em função da não determinação dos valores referentes à densidade aparente das formulações F1 e F2. Porém, as densidades aparentes das demais formulações foram determinadas e são mostradas na Tabela 17.

Formulação	l	Matéria-prima	Densidade aparente	Desvio padrão		
	NaOH	silicato de sódio	RCV	(kg/m ³)	-	
F3 V	15	30	55	2.205	124	
F4 C (1)	22,5	22,5	55	2.150	51	
F5 C (1)	22,5	15	62,5	2.263	128	
F6 C (1)	15	22,5	62,5	2.228	49,2	
F7 C (2)	20	20	60	2.258	76,8	
E (D A	0010					

Tabela 17 - Densidade aparente para os geopolímeros com 28 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

Embora não tenha sido possível a análise estatística dos valores referentes à densidade aparente dos geopolímeros com 28 dias de cura, foi possível tirar algumas conclusões com base nos valores obtidos. A Figura 30 apresenta o gráfico comparativo das densidades aparentes dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura.

Figura 30 - Densidade aparente das formulações dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Ao analisar os valores referentes à densidade aparente dos geopolímeros com 28 dias de cura, quando comparados com a densidade aparente com 133 dias de cura, percebe-se que apresentam comportamentos semelhantes. Percebe-se que os desvios padrão para 133 dias de cura são menores, em relação a 28 dias de cura.

5.2.4 Densidade Real

A densidade real dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura não pode ser analisada de forma estatística, em função da não determinação dos valores referente à densidade real das formulações F1 e F2. A Tabela 18 apresenta os valores referentes à densidade real dos geopolímeros com 28 dias de cura, e a Tabela 19, os valores referentes à densidade real dos geopolímeros com 133 dias de cura.

Formulação	N	latéria-prima	Densidade real	Desvio padrão	
Formulaçao	NaUH	silicato de sódio	RCV	(kg/m ³)	Function
F3 V	15	30	55	2.353	15,9
F4 C (1)	22,5	22,5	55	2.371	6,4
F5 C (1)	22,5	15	62,5	2.385	4,6
F6 C (1)	15	22,5	62,5	2.387	4,7
F7 C (2)	20	20	60	2.386	6

Tabela 18 - Densidade real para os geopolímeros com 28 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

Tabela 19 - Densidade real para os geopolímeros com 133 dias de cura

Formulação	N	Aatéria-prima	Densidade real	Desvio padrão	
ronnuaçao	№оОН	silicato de sódio	RCV	(kg/m ³)	1
F3 V	15	30	55	2.320	10
F4 C (1)	22,5	22,5	55	2.330	10
F5 C (1)	22,5	15	62,5	2.370	10
F6 C (1)	15	22,5	62,5	2.400	10
F7 C (2)	20	20	60	2.360	10

Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 31 apresenta o gráfico comparativo das densidades reais dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura.



Figura 31 - Densidade real das formulações dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura

5.2.5 Porosidade

Com os resultados obtidos das densidades aparente e real das formulações dos geopolímeros, o percentual de porosidade dos mesmos foi determinado usando-se a Equação 3. Os resultados para o percentual de porosidade dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura são mostrados na Tabela 20.

Tubela 20 Torosladae dos geopolinieros com 20 e 195 días de cara							
Formulação	Μ	atéria-prim	a	Porosidade a 28 dias	Porosidade a 133 dias		
<u>.</u>	NaOH	silicato de sódio	RCV	(%)	(%)		
F3 V	15	30	55	6,30	6,36		
F4 C (1)	22,5	22,5	55	9,32	9,73		
F5 C (1)	22,5	15	62,5	5,12	6,33		
F6 C (1)	15	22,5	62,5	6,69	7,19		
F7 C (2)	20	20	60	5,37	5,72		
	0010						

Tabela 20 - Porosidade dos geopolímeros com 28 e 133 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

Fonte: Do Autor, 2019

A porosidade dos geopolímeros também não pode ser analisada de forma estatística, em função da não determinação dos valores referentes às densidades aparente e real das formulações F1 e F2. Entretanto, pode-se chegar a algumas conclusões analisando as tendências dos valores numéricos obtidos.

Para as formulações que foram medidas, a porosidade mínima foi de 5,12 % para a F5 aos 28 dias de cura, e máxima de 9,32 % para a F4, também aos 28 dias de cura. Para o tempo de cura de 133 dias, o valor mínimo de porosidade foi de 5,72 % para a formulação F7, e o valor máximo foi para a formulação F4, que apresentou o valor de 9,73 %.

A porosidade é uma característica que influencia de modo negativo quanto ao ganho de resistência mecânica para os geopolímeros, pois está intimamente ligada com a presença de poros, o que tende a causar uma perda de seção transversal no material, tornando-o mais suscetível à diminuição de sua resistência mecânica à compressão. Para os geopolímeros desenvolvidos neste estudo, observa-se essa tendência nos valores encontrados, onde a formulação com maior % de porosidade foi a formulação F4, apresentando 9,32 % de porosidade para os geopolímeros com 28 dias de cura, e 9,73 % de porosidade para os geopolímeros com 133 dias de cura. A formulação F4 foi a formulação que apresentou menores valores referentes à resistência mecânica à compressão (1,97 MPa com 28 dias de cura e 10,18 MPa para 133 dias de cura).

5.2.6 Calorimetria Diferencial de Varredura e Termogravimetria

A Figura 32 apresenta a análise térmica por termogravimetria para as formulações de geopolímeros com tempo de cura de 28 dias, enquanto a Figura 33 apresenta a análise térmica para as formulações de geopolímeros com tempo de cura de 133 dias.





Fonte: Do Autor, 2019

Conforme o gráfico exposto na Figura 32, observa-se que todas as formulações apresentaram uma mesma tendência quanto à curva que representa a perda de massa, variando apenas os valores em função da composição de cada formulação. Submetidas a uma temperatura de até 1.000 °C durante o ensaio, percebe-se que a perda de massa sofrida pelas formulações foram de aproximadamente 17 % para a formulação F3, 9,5% para a formulação F4, 16 % para a formulação F5, 10,5 % para a formulação F6 e 18,5 % para a formulação F7.

Até a temperatura de 150 °C a perda de massa foi mais significativa, e essa perda de água pode ser justificada pela evaporação inicial da água existente no material. Para as formulações F5 e F7, esse valor foi de aproximadamente 10 %, e para a formulação F3, aproximadamente 6 %.



Figura 33 - Análise térmica das formulações dos geopolímeros com 133 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

Observando o gráfico da Figura 33, assim como nos geopolímeros com tempo de cura de 28 dias, para os geopolímeros com tempo de cura de 133 dias percebe-se novamente que a perda de massa das formulações apresenta a mesma tendência, onde até a temperatura de 150°C, referente à perda de água pela evaporação inicial da água existente no material, a perda de massa foi mais significativa.

Também submetidas a uma temperatura de até 1.000°C durante o ensaio, percebe-se que a perda de massa sofrida pelas formulações foi de aproximadamente 22 % para a formulação F3, 16,5 % para a formulação F4, 16 % para a formulação F5, 12,5 % para a formulação F6 e 25,5 % para a formulação F7. Até a temperatura de 150 °C a perda de massa foi mais significativa, e variou de 9% referente à formulação F6 até 17 % referente à formulação F7.

As Figuras 34 e 35 apresentam, respectivamente, a análise de DSC para as formulações de geopolímeros com tempo de cura de 28 e 133 dias.



Figura 34 - Análise de DSC das formulações dos geopolímeros com 28 dias de cura.

Fonte: Do Autor, 2019

Figura 35 - Análise de DSC das formulações dos geopolímeros com 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Conforme os gráficos das Figuras 34 e 35, observa-se que todas as formulações apresentaram uma mesma tendência quanto à curva que representa a análise de DSC, variando apenas os valores em função da composição de cada formulação. Observa-se que as amostras

apresentam, em determinadas faixas de temperatura, comportamento exotérmico, evento este que pode estar associado ao processo de cura do material, e também ao processo de geopolimerização.

Percebe-se em ambos os gráficos (Figuras 34 e 35), que o primeiro pico endotérmico ocorre entre 0 e 100 °C. De acordo com Duxson *et. al* (2005) esse pico endotérmico é decorrente da evaporação de água existentes nos poros livres, e é aproximadamente aos 300 °C que esta perda finaliza.

Duxson, Lukey e Van Deventer (2016) afirmam que a partir da temperatura de 250 °C, a curva exotérmica formada é em consequência do processo de desidroxilação do material.

Na temperatura de 573 °C identifica-se a transformação do quartzo-alfa em quartzo-beta. Segundo Havlac (1983), o quartzo recebe suas denominações de acordo com a mudança de fase em função da temperatura.

A análise também apresentou picos endotérmicos por volta de 700 °C, que indicaram a decomposição dos hidróxidos que formam os geopolímero (MARQUES, 2013).

5.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para o ensaio de microscopia eletrônica de varredura dos geopolímeros foi observada a superfície da região fraturada no ensaio de determinação da resistência mecânica à compressão, e sem tratamento da superfície fraturada. Com este ensaio de caracterização, buscou-se identificar a uniformidade do sistema, formação de poros e trincas, provenientes da evaporação da água.

Para tal, utilizou-se os aumentos de 500X, 1000X e 5000X nas amostras das formulações dos geopolímeros para 28 e 133 dias de cura.

A Figura 36 apresenta o ensaio de MEV para a formulação F3 aos 28 e 133 dias de cura.

Figura 36 MEV do geopolímero da formulação F3: (a) ampliação de 500X a 28 dias de cura; (b)ampliação de 500X a 133 dias de cura; (c)ampliação de 1000X a 28 dias de cura; (d)ampliação de 1000X a 133 dias de cura; (e)ampliação de 5000X a 28 dias de cura; (f)ampliação de 5000X a 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Na Figura 37 é apresentado o ensaio de MEV para a formulação F4 aos 28 e 133 dias de cura.

Figura 37 - MEV do geopolímero da formulação F4: (a) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133 dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação de 5000 X a 133 dias de cura





A Figura 38 apresenta o ensaio de MEV para a formulação F5 aos 28 e 133 dias de cura.

Figura 38 - MEV do geopolímero da formulação F5: (a) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133 dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação de 5000 X a 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Na Figura 39 é apresentado o ensaio de MEV para a formulação F6 aos 28 e 133 dias de cura.

Figura 39 - MEV do geopolímero da formulação F6: (a) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133 dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação de 5000 X a 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 40 apresenta o ensaio de MEV para a formulação F7 aos 28 e 133 dias de cura.

Figura 40 - MEV do geopolímero da formulação F7: (a) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 500 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 1000 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 1000 X a 133 dias de cura; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação de 5000 X a 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

Analisando as imagens de MEV dos geopolímeros, observa-se que apresentam uma boa densificação em suas estruturas, não

apresentando partículas "soltas", e com ausência ou pouca presença de porosidade. Essas características resultam em aumento da resistência mecânica.

A presença de porosidade pode estar associada à evaporação de água presente na reação, proveniente dos ativadores alcalinos (silicato de sódio + solução de NaOH). As trincas visualizadas devem-se ao ensaio mecânico, pois a amostra sofreu um esforço mecânico de compressão antes de ser analisada por MEV.

Observa-se, também, a formação de sais nas composições geopoliméricas. Esta formação de sais está associada à reação dos próprios ativadores alcalinos (silicato de sódio e solução de NaOH).

5.2.8 Caracterização do geopolímero com adição de fibra de vidro

A Tabela 21 apresenta os resultados de resistência mecânica à compressão aos 28 dias de cura, dos geopolímeros com adição de fibra de vidro tipo E, nas quantidades definidas no planejamento experimental, enquanto a Tabela 22 apresenta os resultados de resistência mecânica à compressão dos geopolímeros para o tempo de cura de 133 dias.

		Ma	téria-pri	Resistência	Desvio	
Formulação	NaOH	silicato de sódio	RCV	Fibra de vidro tipo E	mecânica (MPa)	padrão
F6	15	22,5	62,5	-	16,04	1,27
FC1	15	22,5	62,5	0,625	21,66	2,31
FC2	15	22,5	62,5	1,25	15,55	4,00
FC3	15	22,5	62,5	1,875	13,36	2,18

Tabela 21 - Resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com adição de fibra de vidro com 28 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

3		Μ	latéria-p	orima	Resistência	Desvio
Formulação	NaOH	silicato de sódio	RCV	Fibra de vidro tipo E	mecânica (MPa)	padrão
F6	15	22,5	62,5	-	15,58	4,61
FC1	15	22,5	62,5	0,625	9,33	2,91
FC2	15	22,5	62,5	1,25	9,55	2,05
FC3	15	22,5	62,5	1,875	10,24	1,17

Tabela 22 - Resistência mecânica à compressão dos geopolímeros com adição de fibra de vidro com 133 dias de cura

Fonte: Do Autor, 2019

Conforme apresentado na Tabela 21, a formulação F6 (sem adição de fibra), para o tempo de cura de 28 dias, apresentou uma resistência mecânica à compressão de 16,04 MPa. Com a adição de 0,1% de fibra (formulação FC1) nesta mesma formulação, o valor de resistência mecânica à compressão, também aos 28 dias de cura, foi de 21,66 MPa, enquanto a resistência da FC2 foi de 15,55 MPa e a resistência da FC3 foi de 13,36 MPa.

A adição de fração de massa de 0,1 % de fibras de vidro mostra aumento máximo em resistência à compressão em torno de 35% em relação ao geopolímero sem fibras aos 28 dias de cura.

A diminuição da resistência nas formulações FC2 e FC3 pode estar associada à concentração das fibras na matriz geopolimérica, podendo formar um "aglomerado" de fibras, ocasionando pontos suscetíveis de falhas, e também pelo fato de as fibras estarem orientadas aleatoriamente. Conforme Callister (2000), as melhores propriedades gerais dos compósitos são conseguidas quando as fibras são distribuídas de forma uniforme.

Para o tempo de cura de 133 dias, conforme Tabela 22, os valores de resistência à compressão para as formulações FC1, FC2 e FC3 foram, respectivamente, 9,33 MPa, 9,55 MPa e 10,24 MPa.

Presume-se que a diminuição da resistência mecânica com maior tempo de cura pode estar associada à degradação das propriedades da fibra de vidro. Segundo Peruzzi (2002), a fibra de vidro convencional, tipo E, sofre degradação das propriedades físicas com o tempo, devido ao ataque do meio alcalino da matriz, e para Purnell *et al.* (2000), essa baixa durabilidade das fibras de vidro convencionais pode ser atribuída aos mecanismos de corrosão das fibras pelo hidróxido de sódio produzido na hidratação do material, precipitação dos produtos da hidratação, especialmente o hidróxido de sódio, e densificação da matriz na interface reduzindo a flexibilidade das fibras. A Figura 41 apresenta as formulações geopoliméricas com a adição de fibras de vidro tipo E.

Figura 41 - Geopolímero com adição de fibra de vidro tipo E com tempo de cura de 28 dias (a) e 133 dias (b)



Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 42 mostra uma imagem da microscopia óptica realizada no geopolímero com adição de fibra de vidro tipo E.

Figura 42 - Microscopia óptica do geopolímero com adição de fibra de vidro



Fonte: Do Autor, 2019

A Figura 43 apresenta o ensaio de MEV para as formulações de geopolímeros com adição de fibra tipo E aos 28 e 133 dias de cura.

Analisando as imagens do ensaio de MEV, percebe-se que na composição geopolimérica com tempo de cura de 28 dias, aparentemente as fibras de vidro estão com maior aderência na matriz geopolimérica, onde observa-se que a fibra exerceu o efeito de ponte na matriz, através da ancoragem entre a matriz e a fibra. Para a composição geopolimérica com 133 dias de cura, percebese que as fibras não apresentam, aparentemente, uma aderência com a matriz geopolimérica. O que faz presumir que a fibra não tenha exercido o efeito de ponte na matriz, e que conforme citado por Peruzzi (2002) e Purnell (2000), com o tempo pode ocorrer perda das propriedades da fibra de vidro. Figura 43 - MEV do geopolímero com adição de fibra de vidro tipo E com tempo de cura de 28 e 133 dias: (a) ampliação de 100 X a 28 dias de cura; (b) ampliação de 100 X a 133 dias de cura; (c) ampliação de 500 X a 28 dias de cura; (d) ampliação de 500 X a 133 dias; (e) ampliação de 5000 X a 28 dias de cura; (f) ampliação de 5000 X a 133 dias de cura



Fonte: Do Autor, 2019

6 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos nesta pesquisa, conclui-se que:

• É possível obter geopolímeros a partir da valorização de RCV, devido à presença significativa de óxido de silício (SiO₂) e óxido de alumínio (Al₂O₃) em sua composição. A quantidade destes óxidos é atrativa para utilização deste RCV como material de partida para a obtenção de geopolímeros, pois apresenta características que propiciam a geopolimerização.

• Para os geopolímeros curados aos 28 dias, o silicato de sódio, a interação entre o silicato de sódio e o RCV, e a interação entre o NaOH e o RCV, são os fatores com maior significância estatística para a resistência mecânica à compressão, enquanto o RCV e a solução de NaOH não apresentam significância estatística para esta propriedade.

• Para os geopolímeros com tempo de cura de 133 dias,o silicato de sódio e a interação entre as variáveis solução de NaOH e RCV são os fatores com maior significância estatística para a resistência mecânica à compressão, enquanto a interação entre silicato de sódio e RCV e individualmente o RCV e a solução de NaOH não afetaram a resistência mecânica dos geopolímeros a 95 % de significância.

• Com relação à porosidade, pode-se afirmar que existe uma tendência em se ter um aumento da resistência mecânica à compressão para os geopolímeros com menor porosidade. Conforme análise da densidade aparente dos geopolímeros com 133 dias de cura, o silicato de sódio, a solução de NaOH e o RCV apresentaram a maior significância estatística sobre a densidade aparente dos geopolímeros, enquanto a interação entre a solução de NaOH e o silicato de sódio apresentou menor significância sobre a densidade aparente.

• Para os geopolímeros com adição de fibra de vidro tipo E com tempo de cura de 28 dias, a formulação com adição de 0,1 % de fibra apresentou o aumento máximo em resistência à compressão quando comparada com a formulação sem adição de fibra de vidro.

• Para os geopolímeros com tempo de cura de 133 dias, e também com adição de fibra de vidro, os valores de resistência à compressão foram inferiores ao valor da formulação sem adição de fibra de vidro.
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir das conclusões obtidas neste trabalho, sugerem-se os seguintes trabalhos futuros:

• Avaliar a resistência mecânica à compressão de geopolímeros obtidos a partir do RCV e adição de fibra de vidro álcalis-resistentes (AR);

• Obter geopolímeros a partir da valorização de RCV e adição de fibra de vidro utilizando solução de NaOH com menor concentração molar.

REFERÊNCIAS

ABCERAM – Associação Brasileira de Cerâmica. **Cerâmica no Brasil**: Considerações gerais. Disponível em: < https://abceram.org.br/fluxograma/>. São Paulo (SP). Acesso em: 08 jul. 2018.

ADAMS, F. E.X-Ray Absorption and Diffraction – Overview. **Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering**, p. 365-377, 2017.

AGARWAL, B.D.; Broutman, L.J. **Analysis and Performance of Fiber Composites,** Nova York: John Wiley & Sons, 1990.

ALLAHVERDI, A, Najafi Kani E. Construction Wastes as Raw Materials for Geopolymer Binders. *International Journal of Civil Engineering*. 2009;7(3):154-160.

ALLEN, E; IANO, J. Considerações sobre sustentabilidade em construções de concreto. Fundamentos da engenharia de edificações: materiais e métodos. Ed. bookman, 5ta edição, p. 520, 2013.

ALMEIDA, Sandra Penha de Souza. **Avaliação das Propriedades Mecânicas de Compósitos Pultrudados de Matriz Polimérica com Reforço de Fibra de Vidro**. 2004. 87 f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2004.

ARMIJO, CristiánJesús Velásquez. **Aplicação de métodos termoanalíticos e espectroscópicos na avaliação do comportamento do fármaco isoniazida frente a adjuvantes**. 2003. 101 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2003.

ASHBEE, K.H.G. Fundamental **Principles of Fiber Reinforced Composites,** 2nd edition, Technomic Publishing Company, Inc. Lancaster, PA., 1993.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2011, 616 p. ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA DA CERÂMICA. **Setor**: dados oficiais. Rio de Janeiro. Disponível em: <http://www.anicer.com.br>. Acesso em: 29 jan. 2019.

AQUINO, R. C. M. P.; D'almeida, J. R. M; Monteiro, S.N.. **Análise do Compósito de Piaçava/Resina poliéster, como substituto da Madeira**. In: 60° Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 24-27 de julho de 2005, Belo Horizonte, MG, Brasil.

BARBOSA, V. F. F.; MACKENZIE, K. J. D.; THAUMATURGO, C. Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymersof alumina and silica: sodium polysialate polymers. International Journal of Inorganic Materials, v. 2, p. 309-317, 2000.

BARRAZA, MadeleingTaborda. **Desempenho mecânico de um compósito de matriz geopolimérica à base de metacaulim e nanobastões de carbeto de silício.** 2016. 130 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2016.

BELTRÃO, F.C.M; ZENAIDE, J.C. **A influência do metacaulim nas propriedades do concreto**. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Civil, Universidade da Amazônia, Belém, Pará, 2010.

BOCA SANTA, Rozineide Aparecida Antunes. **Desenvolvimento de** geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel. 2012. 135 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2012.

BRASIL, LisarbHenneh. Estudo do aproveitamento dos resíduos gerados na indústria de cerâmica vermelha – situação do pólo cerâmico do vale do Assu/RN. 2014. 50 f. TCC (Graduação) - Curso de Bacharelado em Ciência e Tecnologia, Ciências Exatas, Tecnológicas e Humanas, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Angicos, 2014. BREIER, Guilherme Petry. **Abordagens ecoinovadoras para o desenvolvimento de novos produtos**. 2015. 209 f. Tese (Doutorado) -Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

BROUTMAN, L.J. and R. H. Krock, **Modern Composite Materials**, Addison-Wesley Publishing Co., 1967, Reading, MA.

BUCHWALD, A.; DOMBROWSKI, K.; WEIL, M.. **Development of eopolymer Concrete Supported by System Analytical Tools.** Proceedings of the 2nd Int.Synposiun of Non-tradition Cement and Concrete, ed. by Bilek and Kersner, 25-35, 2005.

CABALLERO, E.; SANCHEZ, W.; RIOS, C. Síntesis de geopolímeros a partir de la activación alcalina de residuos de minería del oro. Revista ingeniería y competitividad, v. 16, n,1, p. 317-330, 2013.

CALLISTER, W.D., Materials Science and Engineering- 2n Introduction, Jonh Wiley and Sons, Canadá p. 445, 769, 852, 2000.

CASAGRANDE, Michele Dal Toé. Estudo do comportamento de um solo reforçado com fibras de polipropileno visando o uso como base de fundações superficiais. 2001. 109 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

CAZARREDO, Ricardo. **Mecanismos de confinamento em pilares de concreto encamisados com polímeros reforçados com fibras submetidos a flexo-compressão.** 2005. 267 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Estruturas) - Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

CESARI, V. F. **Influência do uso de aditivos dispersantes em pastas de geopolímero produzido com cinza volante e hidróxido de sódio**. Florianópolis: Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2015. 128 p.

CHAWLA, K. K. **Composite Materials. Science and Engineering, Springer-**Verlag, New York, 1993. CHOU. T.W., McCullough, R.L., Pipes, R.B. "composites" ScientificAmericam, vol 255, N0 4 october 1986, p. 192-203.

CORREIA, E. A. S. **Compósitos de Matriz Geopolimérica Reforçados com Fibras Vegetais de Abacaxi e de Sisal**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecanica da UFP. Paraíba, 2011. 218 p.

COUTINHO, Lêda Silvia de Aguiar Lédo; DUARTE, Ándre Augusto Azevedo Montenegro; NEVES, Renato Martins das; COUTINHO NETO, Benedito; MANESCHY, Carlos Edilson de Almeida; PINHEIRO, Ana Maria Guerra Seráfico. Modelagem do tempo de execução de obras civis: estudo de caso na Universidade Federal do Pará. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 12, n. 1, p. 243-256, jan./mar. 2012.

CROKER, J.. (2008) Natural materials - Innovative natural composites. Mater. Technol., v. 2-3 n. 3 p. 174-178.

DANIEL, Isaac. M.; Ishai Ori. Engineering Mechanics of Composite Materials. **Oxford University Press**, 2 ed. 269 f. 1994.

DAVIDOVITS, J.; SAWYER, J. L. Early high-strength mineral polymer.US Patent 4.509.985, 1985.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers: Inorganic polymeric new materials.** Journal of thermal analise, vol. 37, pp. 1633-1656, 1991.

DAVIDOVITS, J.; DAVIDOVITS, M.; DAVIDOVITS, N. **Process for obtaining a geopolymeric alumino-silicate and products thus obtained**: US n. P: 5342595, 1994.

DAVIDOVITS, J., **Geopolymer Chemistry and Applications**, InstitutGeopolymere, Saint-Quentin, France, 584p. 2008.

DE SOUSA, T. M. A. **Proposta de desenvolvimento de massa cerâmica para porcelanato com incorporação de resíduo de vidro – lâmpadas fluorescentes.** 2013. 71 f. Monografia (Bacharel em Ciência e Tecnologia) – Universidade Federal Rural do Semiárido, Mossoró -RN. DIAS, D. P.; THAUMATURGO, C. Avaliação da aderência entre barras lisas de aço e concretos geopoliméricos. Matéria, Rio de Janeiro, v. 5, n. 1, p. 1-15, 2001.

DUAILIBI, F.J. Mercado de cerâmica vermelha estrutural. **ABC Informativo**, n. 26, 1999.

DUXSON, P. ; PROVIS, J.L. ;. LUKEY, G.C.; SEPAROVIC, F .J.; DEVENTER, VAN. *Study of structural ordering in aluminosilicate geopolymergels*. Langmuir, vol.21, p.3028-3036, 2005.

DUXSON, P. et al. **Geopolymer Technology: the Current State of the Art.** ADVANCES IN GEOPOLYMER SCIENCE & TECHNOLOGY, Springer Science+Business, 2006.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, C. G.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymer** technology: the current state of the art. Journal of Materials Science, v. 42, p. 2917-2933, 2007.

DUXSON, Peter; LUKEY, Grant C.; VAN DEVENTER, JannieSj. Thermal evolution of metakaolin geopolymers: Part 1 -Physical Evolution. **Non-crystalline Solids.** Australia, p. 5541-5555. 4 set 2016.

FAN, F.; LIU, Z.; XU, G.; PENG, H.; CAI, C. S. Mechanical and termal properties of flyash based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 160, p. 66-81, 2018.

FERNANDEZ-JIMENEZ, A; PALOMO, A; PASTOR, J.Y; MARTIN, A. New cementitious materials based on alkali-activated fly ash: performance at high temperatures. Journal of the American Ceramic Society, V. 91, p. 3308; 3314, 2008.

GASSAN. J, A.K. Bledzki. (1999) "Effect of cyclic moisture absorption/desorption on the mechanical properties of silanized jute-epoxy composites. Polymer Composites, v. 20, n. 4, p. 604-611. GOLDONI, A. G. **Resistência à flexão e compressão em geopolímero com incorporação de nanotubos de carbono**. Florianópolis: Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2014. 85 p.

GRANIZO, M. L. Activación Alcalina de Metacaolin: Desarrollo de Nuevos Materiales Cementantes. Tese de Doutorado, Universidade Autónoma de Madrid, 1998.

GROGOLETTI, G.C. **Caracterização de impactos ambientais de indústrias de cerâmica vermelha do estado do Rio Grande do Sul.** 168 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

GRUN, Elayne. **Caracterização de argilas provenientes de Canelinha/SC e estudo de formulações de massas cerâmicas**. 74 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC, Joinville (SC), 2007.

HARDJITO, D.; STEENIE, E. W.; DODY. M. J. S.; Rangan, B. V.. **On** the Development of Fly Ash-Based Geopolymer Concrete. ACI Materials Journal Technical Paper, 2004.

HARDJITO, D.; RANGAN, B.V. **Development and properties of lowcalcium Fly Ash-based Geopolymer Concrete.** Research Report GC 1, Curtin University of technology, Australia, 2005.

HLAVAC, J. **The technology of glasses and ceramics.** New York: Elsevier Scientific Publishing Company, 1983.

HOLLAWAY, L. (1994). Handbook of polymer Composite for Engineers, Woodhead Publishing. Ltd. Cambridge.

HULL, D., Clyne, W. (**1996**) An introduction to composite materials, 2nd edition. Cambridge University Press. Cambridge.

ISAIA, G.C. Materiais de construção e princípios de ciência e engenharia de materiais. IBRACON, 2ª Edição, São Paulo, 2010.

KOMMITSAS K., ZAHARAKI D. Geopolymerisation: A Review and Prospects for the Minerals Industry. **Minerals Engineering**, v. 20, p. 1261–1277, 2007.

KRISTIINA, O.Aji P. Mathew, Runar Långström, Birgitha Nyström, Kuruvilla Joseph. (2009). **The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene.** Composites Science and Technology, 25 March 2009.

LIMA, Raquel Bohn. **Processo de produção de carvão ativo a partir do subproduto resultante da lixívia alcalina da cinza da casca do arroz.** 2010. 111 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2010.

LIVI, C. N. **Desenvolvimento de pasta de geopolímeros a base de cinza volante e hidróxido de sódio**. Florianópolis: Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, 2013. 193 p.

LOPES, Lucas Dellaglio. **Análise dos efeitos de fibras de capim annoni na adesividade e perda de massa por desgaste em misturas asfálticas**. 2017. 70f.. (Engenharia Civil) - Universidade Federal do Pampa, Campus Alegrete, Alegrete, 2017.

MACCARINI, H.S. **Desenvolvimento de geopolímero a partir do uso de metacaulim**. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Infraestrutura, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2015.

MALONE, P. G.; RANDALL, C. A. **Potential applications of alkaliactivated alumino-silicate binders in military operations.** Department Of The Army Assistant Secretary Of The Army (R&D) ILIR Project No.4a161101a91d,Task Area 02, Work Unit 155, Final Report, 1985.

MALVERN. **Difração laser**. 2016. Disponível em: <http://www.malvern.com/br/products/technology/laser-diffraction/>. Acesso em: 01 de junho de 2018. MARINUCCI, G. **Materiais Compósitos Poliméricos:** Fundamentos e Tecnologia. São Paulo: Artliber Editora, 2011, 333 p.

MARQUES, J. I. S. Geopolimerização de cinzas e dregs da indústria de pasta de papel.2013, 127 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pósgraduação em Engenharia de Materiais, Universidade de Aveiro, 2013.

MARTIN, Cibely S., TEIXEIRA, Silvio R., LANFRED, Silvania, NOBRE, Marcos A.L.. Análise via Espectroscopia no Infravermelho da Sílica proveniente da Pirólise do Bagaço de Cana-de-açúcar. Disponível em: http://sec.sbq.org.br/cdrom/30ra/resumos/T1951-1.pdf (acesso em: 28/03/2019).

MARTINEAU, P.; AGOPYAN, V. Conferencia MagnaI- Compósitos: materiail inovador. **In Arquimacom**. São Paulo. 2002.

MATSUMOTO, Takashi., LI, Victor C. Fatigue crack growth analysis of fiber reinforced concrete with effect of interfacial bond degradation. **Cement& Concrete Composites.** v. 20, p. 339-350, 1998.

MONTEIRO, S.N., Ferreira, A.S., Lopes, F.P.D. (2009a) **"Pullout tests of curaua fibers in epoxy matrix for evaluation of interfacial strength"**, Proceedings of Characterization of Minerals, Metals & Materials - TMS Conference, (San Francisco, USA, March), 1-7.

MORAES, Ricardo Ferraz. **Estudo da rigidez de laminados poliméricos com fibras sintéticas e naturais por meio de simulação numérica:** 2016. 87 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)-Universidade Federal de São João Del-ReiTese, São João Del-Rei. 2016.

MOROZOV, Eugeni; Vaziliev, Valery. (1989) Mechanics and Analysis of Composite Materials. Elservier.

MOUKHINA, E. Directanalysis in modulated thermogravimetry. **Thermochimica Acta**, vol. 576, p. 75-83, 2014.

NAGEM, Nilton F. **Geopolímero a partir de resíduos oriundos da indústria de alumínio para reutilização e coprocessamento.** 2013. 157f. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

NASVI, M.C; RANJITH, P.G; SANJAYAN, J. **The permeability of geopolymer at down-hole stress conditions: Application for carbon dioxide sequestration wells.** Applied Energy, vol. 102, pp. 1391–1398, 2013.

NATH, S.K., MAITRA, S., MUKHERJEE, S., KUMAR, S. (2016). Microstructural and morphological evolution of fly ash based geopolymers. **Construction and Building Materials**, pp. 758-765.

Neto, F.L., Pardini, L.C. *CompósitosEstruturais*. 1. Ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2006.313 p.

NOVAIS, R. M., Ascensão, G., Seabra, M.P., Labrincha, J.A. (2016). Waste glass from end-of-life fluorescent lamps as raw material in geopolymers. **Waste Management**.

NUGTEREN, H. W.; et al. **High Strength Geopolymers from Fractionated and Pulverized Fly Ash.** World of Coal Ash (WOCA) Conference - Lexington, KY, USA, 2009.

OLIVEIRA, C. T. A. & AGOPYAN, V. Estudo da água do poro de pastas de cimento de escória pelo método da água de equilíbrio. **Boletim técnica da escola Politécnica da USP**. São Paulo, 2000.

OLIVIA, M.; SARKER, P.; NIKRAZ, H.. Water Penetrability of Low Calcium Fly Ash Geopolymer Concrete. Conference on Constituction and Building Technol International, 2008.

ORTENZI, Altibano Junior. A fibra de vidro em matrizes poliméricas e cimentícias e seu uso estrutural em construção civil- o estado daarte. 2007. 228 f. Dissertação (Mestrado em Construção civil)-Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2007.

OSORIO, P. **Concepção de um Saferoom Anti-Tornado em Betão Geopolimérico.** Dissertação de Mestrado. Universidade Do Minho. 2006

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Ligantes geopoliméricos: uma alternativa ambiental ao cimento Portland. INGENIUM: revista da ordem dos engenheiros. ISSN 0870-5968.116. pp. 66-68, 2009.

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S.; LABRINCHA, J.; JOHN, V. **Eco-efficient concrete**. Woodhead Publishing in Materials, 1era ed., 2013.

PALOMO, A.; GRUTZECK, M.w.; BLANCO, M.t.. Alkali-Activated Fly Ashes a Cement for the Future. Cement and Concreto, Elsevier A cience Ltda, 1323-1329p, 1999.

PERUZZI, Antônio de Paulo. **Comportamento das fibras de vidro convencionais em matriz de cimento Portland modificado com látex e adição de sílica ativa**. 2002. 111 f. Dissertação (Mestrado em Arquitetura)- Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.

PINTO, A.T. Sistemas Ligantes Obtidos por Activação Alcalina do Metacaulino. Tese Doutorado, Universidade do Minho, Portugal. 2004.

PIQUÉ, T.M., Vázquez A. Uso de Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) en el estudio de la hidratación del cemento. *Concreto y cimento. Investigación y Desarrollo.* 2012; 3(2):62-71.

PROVIS, J.; LUKEY, G.; VAN DEVENTER; J. **Do geopolymers** actually contain nanocrystalline zeolites? A reexamination of existing results. Chemistry of Materials V. 17, 3075–3085, 2005.

PROVIS, J.; VAN DEVENTER, J.S.J. Geopolymers, structure, processing, properties and industrial applications. **Woodhead Publishing Limited**, ISBN 978-1-84569-449-4. 2009.

PUERTAS, F. Cementos de Escórias Activadas Alcalinamente: Situación Actual y Perspectivas de Futuro. Materiales de Construcción, Vol. 45, nº 239, 1995.

PURNELL, P.; SHORT, N.R.; PAGE, C.L.; MAJUNDAR, A.J. Microestrutural observations in new matrix glass fibre reinforced cement. Coment and concrete research, ed.30. 2000.

QUININO, Uziel Cavalcanti de Medeiros. **Investigação experimental** das propriedades mecânicas de compósitos de concreto com adições híbridas de fibras. 2015. 243 f. Tese (Doutorado em Graduação em Engenharia Civil)-Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil, 2015.

RATTANASAK U., CHINDAPRASIR P.T., Influence of NaOH Solution on the Synthesis of Fly Ash Geopolymer. MineralsEngineering, Vol.22, No. 12, 2009.

REDIVO, I.M. Utilização de resíduo de cerâmica vermelha em misturas com solo para construção de camadas de pavimentos com baixo volume de tráfego. 160 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis (SC), 2011.

RIBEIRO, Ricardo A. C. **Desenvolvimento de novos materiais cerâmicos a partir de resíduos industriais metal - mecânicos**. 89 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais). Universidade Federal do Paraná – UFPR, Curitiba (PR), 2008.

RIPA, M.; FIORENTINO, G.; VACCA, V.; ULGIATI, S. The relevance of site-specific data in Life Cycle Assessment (LCA). The case of the municipal solid waste management in the metropolitan city of Naples (Italy). **Journal of Cleaner Production**, v. 142, p. 445–460, 2017.

RODRÍGUEZ, E.; GUTIÉRREZ,R.; BERNAL, S.; GORDILLO, M. **Efecto de los módulos SiO2/Al2O3 y Na2O/SiO2 en las propiedades de sistemas geopoliméricos basados en un metacaolín**. Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia N.° 49. pp. 30-40, 2009

SÁNCHEZ, D. **Tecnología del concreto y del mortero.** 5ta ed. BHANDAR EDITORES LTDA, 355 p., 2001.

SANTA, R. A. B. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel**. Florianópolis: Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2012. 135 p.

SEBRAE/ESPM. Cerâmica Vermelha. Estudos de Mercado SEBRAE/ESPM – Relatório Completo. SebraeNacional, São Paulo, 2008.

SHI, C.; ROY, D.M.; KRIVENKO, P.V. Alkali-activated Cements and Concretes, Ed. Taylor & Francis, London, U.K., 2006.

SILVA, Isabela Leão Amaral da. **Propriedades e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras continuas de juta.** 2014. 110 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências de Materiais)-Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes. 2014.

SILVERSTEIN, R.M., Webster FX. Spectrometric Identification of Organic Compounds. New York: Wiley; 1998.

SONG, Shufeng, WEN Zhaoyin, LIU, Yu, ZHANG, Qunxi, WU, Xiangwei,

ZHANG, Jingchao, HAN, Jinduo. Influence of dopants on the crystallization of borosilicate glass. **Ceramics International** 35 p. 3037–3042, 2009.

SPRICIGO, Luís Philipe. **Valorização de resíduos de vidro plano e de anodização de alumínio para síntese de geopolímero**. 2017. 162 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC. Criciúma, 2017.

SPRINGFIELD, T. Application of FTIR for Quantification of Alkali in *Cement*. [Thesis]. Denton: University of North Texas; 2011. 58 f.

TANESI, Jussara; AGOPYAN, Vahan. Compósitos reforçados com fibras plásticas para construção civil. in: encontro de tecnologia de sistemas plásticos na construção civil, 2., 1997, São Paulo. **Anais.** São Paulo: USP, 1997. p.219-252.

TANTAWY, M.A., Shatat MR, El-Roudi AM, Taher MA, Abd-El-Ramed M. Low Temperature Synthesis of Belite Cement Based on Silica Fume and Lime. *International Scholarly Research Notices*. 2014;2014:873215. TORGAL, F. P.; GOMES, J. C.; JALALI, S.. Alkali-Activated Binders: A Review Part 1. Historical Background, Terminology, Reaction Mechanisms and Hydration Products. Science Direct, Elsevier, Construction and Building Materials, 1305–1314, (2008).

VALLE, Luísa Vicari. **Avaliação da tenacidade à fratura em vidro pela técnica de microindentação instrumentada**. 2012. 56 p. Projeto de Graduação Engenharia de Materiais - Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2012.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. **The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part I**. Theory and Applications. Minerals Engineering, v. 10, p. 659-669, 1997.

VASSALO, E. A. S.. **Obtenção de Geopolímero a partir de Metacaulim ativado.**2013. 103 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

VENTURA, Ana Mafalda. Os compósitos e sua aplicação na reabilitação de estruturas metálicas. Ciência e tecnologia dos materiais. Vol. 21, nº 3/4. 2009.

WENG, L., SAGOA, C., BROWN, T., SONG, S. Effect of aluminates on the formation of geopolymer Mater. **Sci. Eng. B**, v.8, p.117-163, 2005.

ZAHARAKI, D.; KOMNITSAS K.. Role of Alkali Metals on the Synthesis of low Ca Ferronickel Slag-Based Inorganic Polymers. 3rd AMIREG International Conference: Assessing the Footprint of Resource Utilization and Hazardous Waste Management, Athens, Greece, 2009.

ZANDONADI, A.R. Cerâmica estrutural. In: **Anuário Brasileiro de Cerâmica**. São Paulo: ABC, 1996. 154 p.

ZHANG, Q.; SRINIVASAN, B.; LI, Y.; JING, Y.; XING, C.; CHANG, J.; WANG, J. P. A new and facile method for measurement of apparent density of monodisperse polymer beads. **Talanta**, v. 80, p. 1681-1685, 2010.

ZHANG, Z.; WANG, H.; PROVIS, J.; BULLEN, F.; REID, A.; YINGCAN, Z. Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers. Part 2. Thermodynamics of sodium silicate activation of metakaolin. **Thermochimica Acta**, v. 565, p. 163–171, ago. 2013.

YUN-MING, L.; CHENG-YONG, H. L.; JAYA, N. A.; ABDULLAH, M. M. A. B.; SOO JIN, T.; HUSSIN, K. Formation of one-part-mixing geopolymer and geopolymer ceramics from geopolymerpowder. Construction and Building Materials, v. 156, p. 9-18, 2017.